FRESENIUS'
ZEITSCHRIFT FÜR ANALYTISCHE CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

140. BAND

SECHSTES (SCHLUSS-) HEFT

MIT 13 ABBILDUNGEN IM TEXT

SPRINGER-VERLAG BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG

J. F. BERGMANN · MÜNCHEN

1953

Z.anal. Chem.

Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie.
Begründet 1862 und herausgegeben bis Band 20 (1881) von *C. Remigius Fresenius*, bis Band 36 (1897) von *C. Remigius* und *Heinrich Fresenius*, Band 37—58 herausgegeben von *Heinrich* und *Wilhelm Fresenius* und *Ernst Hinz*, Band 59 (1920) bis Band 105 von *Wilhelm Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 105 (1936) von *Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 106—127 (1944) von *Remigius Fresenius*, Band 128 (1948) herausgegeben von *A. Kurtenacker* und ab Band 129 (1949) von *W. Fresenius* und *A. Kurtenacker*.
Bis Band 58 (1919) Wiesbaden, C. W. Kreidel, Band 59—62 (1922) Wiesbaden, C. W. Kreidel und München, J. F. Bergmann, Band 53—127 (1944) München, J. F. Bergmann, ab Band 128 (1948) München, Bergmann und Berlin, Springer.

Die **„Zeitschrift für analytische Chemie"** erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 58.—. Sie bringt als „Originalabhandlungen" selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie.

Es wird ausdrücklich darauf aufmerksam gemacht, daß mit der Annahme des Manuskripts und seiner Veröffentlichung durch den Verlag das ausschließliche Verlagsrecht für alle Sprachen und Länder an den Verlag übergeht. Grundsätzlich dürfen nur Arbeiten eingereicht werden, die vorher weder im Inland noch im Ausland veröffentlicht worden sind, und die auch nachträglich nicht anderweitig zu veröffentlichen der Autor sich verpflichtet.

Es ist ferner ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages nicht gestattet, photographische Vervielfältigungen, Mikrofilme, Mikrophote u. ä. von den Zeitschriftenheften, von einzelnen Beiträgen oder von Teilen daraus herzustellen.

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie" enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Zuschriften sind zu richten an die

Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,
Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32.— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als 1½ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.

Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.

Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

J. F. Bergmann
München 27, Trogerstraße 56
Fernsprecher 40535

Springer-Verlag
Heidelberg, Neuenheimer Landstraße 24
Fernsprecher 2440

Berlin W 35, Reichpietschufer 20
Fernsprecher 249251

Vertriebsvertretung im Ausland:
Lange, Maxwell & Springer Ltd., 242 Marylebone Road, London N. W. 1

Band 140 **Inhaltsverzeichnis.** (Schluß-) Heft 6

Originalabhandlungen. Seite

Eisenbrand, J., Beiträge zur Fluorimetrie. I. Über die Abhängigkeit der Fluorescenzintensität von der Verdünnung fluorescierender Lösungen und über die Bestätigung des Beerschen Lichtabsorptionsgesetzes auf indirektem Wege bis in hohe Verdünnungen. Mit 3 Textabbildungen 401

Irion, W., und **E. Moosmüller,** Anwendung der Papierchromatographie zur Beurteilung des Reaktionsverlaufs bei Hydrierungen. Mit 6 Textabbildungen 416

Musil, A., und **R. Pietsch,** Die Fällung von Kupfer mit Arsanilsäure 421

Kolšek, J., Eine photometrische Methode zur Bestimmung von Anästhesin und einiger aromatischer Amine an Hand der Lauthschen Reaktion. Mit 1 Textabbildung 426

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen- und Warenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Aus dem Chemischen Untersuchungsamt für das Saarland, Saarbrücken.

Beiträge zur Fluorimetrie.

I. Über die Abhängigkeit der Fluorescenzintensität von der Verdünnung fluorescierender Lösungen und über die Bestätigung des BEER'schen Lichtabsorptionsgesetzes auf indirektem Wege bis in hohe Verdünnungen.

Von
J. EISENBRAND.

Mit 3 Textabbildungen.

(Eingegangen am 9. September 1953.)

Die Abhängigkeit der Fluorescenzintensität von der Verdünnung bei fluorescierenden Lösungen war der Gegenstand zahlreicher Untersuchungen, die sich fast über ein halbes Jahrhundert erstrecken[1–4]. In neuester Zeit gewinnen diese Messungen immer größeres Interesse, da sich herausgestellt hat, daß viele technisch und physiologisch wichtige Spurenstoffe mit Hilfe von Fluorescenzmessungen relativ einfach und rasch bestimmt werden können.

Eine der ersten quantitativen Untersuchungen mit solchen praktischen Zielen war die Arbeit von ENNEKING[5] aus dem Institut von DANCKWORTT[6].

In dieser Arbeit untersucht ENNEKING die Möglichkeit der Bestimmung physiologisch und pharmakologisch wichtiger Fluorescenzstoffe wie Chininsulfat, Fluorescein-Natrium, Hämatoporphyrin, Chlorophyll mit verschiedenen Instrumenten (Colorimeter, Nephelometer, Photometer) und kommt zu den besten Resultaten beim Arbeiten mit Nephelometern.

$1 \cdot 10^{-7}$ g/ml Chinin und Fluorescein, $1 \cdot 10^{-6}$ g/ml Chlorophyll und Hämatoporphyrin konnten noch mit der auch bei colorimetrischen Analysen üblichen Genauigkeit quantitativ erfaßt werden. CANALS und PEYROT konnten, allerdings unter Zuhilfenahme von polarisiertem Licht zur Erregung, sogar noch $4 \cdot 10^{-10}$ g/ml Chinin nachweisen[7]. Die Möglichkeit, den Trübungsmesser des PULFRICH-Photometers mit Hilfe geeigneter Zusatzeinrichtungen zu fluorimetrischen Messungen zu benützen, machte uns erneut auf die Leistungsfähigkeit solcher nach dem Prinzip der Trübungsmesser arbeitenden Geräte aufmerksam*.

Abb. 1 (S. 402) zeigt eine Skizze des Gerätes. Das von der Quarzlampe ausgestrahlte ultraviolette Licht passiert das Ultraviolett-Filter** und die

* Die Fa. Zeiss/Oberkochen war uns zur Beschaffung eines solchen für Fluorescenzmessungen passend abgeänderten Gerätes behilflich, wofür ihr auch an dieser Stelle bestens gedankt sei.

** Das Filter besitzt für U.V.- und sichtbares Licht folgende Durchlässigkeiten: 313 mμ: 10%; 334 mμ: 45%; 366 mμ: 70%; 390 mμ: 20%; 400 mμ: 7%. Das Filter wurde lichtdicht auf die Kammer (*Ka*) aufgekittet, da sonst bei kleinen Fluorescenzintensitäten Störungen durch falsches Licht auftraten.

Linse (Li_1) und durchsetzt dann die im Trog (Tr) befindliche fluorescierende Lösung. Diese wird mit dem Fluorescenzstandard verglichen. Dieser besteht aus einem blauen Lichtfilter mit Mattscheibe, durch die das Licht der Quarzlampe hindurchtritt und dabei ähnlich schwache Lichterscheinungen wie die Fluorescenzen hervorruft. Auf diese wird dann die Fluoreszenz bezogen, und durch Eindrehen der jeweiligen Meßtrommel des PULFRICH-Photometers wird auf die Gleichheit der Gesichtsfelder eingestellt. Beim Eindrehen der Trommel auf der Standardseite ist die

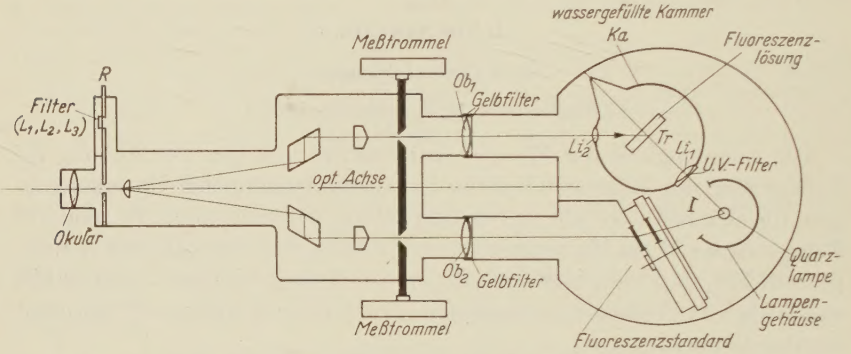
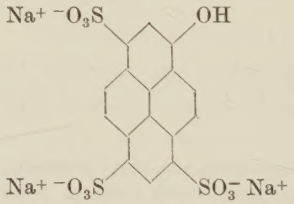


Abb. 1. PULFRICH-Photometer mit Zusatzeinrichtungen für fluorimetrische Messungen.

zu messende Fluorescenz schwächer als der Standard. Die zu messende fluorescierende Lösung steht in der Kammer (Ka). Diese ist in einem Reservoir von Wasser umspült, welches mit Hilfe eines Umwälzthermostaten auf 20° C genau temperiert wird.

Es können am Okular mittels des Filterrevolvers R Sekundärfilter vor das Gesichtsfeld geschaltet werden, wofür die Fa. Zeiss die 3 Filter L_1, L_2, L_3 zur Verfügung stellt, ein rotes, grünes und gelbes Filter. Da diese Filter, die wir sonst für die Untersuchung starker Fluorescenzen sehr geeignet fanden[8], hier zuviel Licht wegnahmen, so wurden Gelbfilter der Firma Schott u. Genossen verwendet.

Als für die Durchführung der Messungen besonders geeignete Substanz wurde das oxypyrentrisulfosaure Natrium gewählt*. Dieser Stoff hat folgende Struktur:



Er besitzt in wäßriger Lösung eine intensive blaugrüne Fluorescenz, welche für das Auge unter gleichen Bestrahlungsbedingungen etwa die

* Präparat der Fa. Bayer, Leverkusen.

10fache Intensität erreicht wie die Fluorescenz des sauren Chininsulfates. Die Fluorescenz geht beim Verdünnen ins Blaugrüne über und war daher voraussichtlich besonders für die Herstellung von in größter Verdünnung noch wahrnehmbar fluorescierenden Lösungen besonders geeignet. Da außerdem die Sulfosäuren starke Säuren sind, so war auch in größter Verdünnung keine Hydrolyse, welche die Fluorescenz hätte beeinflussen können, zu erwarten.

Die Oxypyrentrisulfosäure hat auch sonst bereits erhebliches Interesse erregt. Sie wurde von STRUGGER[9] zu interessanten Versuchen, die die Wasserbewegung in Pflanzen zeigen und zu Geschwindigkeitsmessungen dieser Wasserbewegungen mit Hilfe der Fluorescenz verwendet, so daß nunmehr erstmalig hierüber sichere Zahlenangaben möglich waren.

Eine weitere wichtige Anwendung des oxypyrentrisulfosauren Natriums hat BROCKMANN[10] für die Fluorographie, eine Chromatographie mit Fluorescenzstoffen, gegeben. Hier eignet sich dieser Stoff ganz besonders gut für die Herstellung fluorescierender Adsorbenzien und von Fluorescenzschirmen. Als Fluorochrom wird oxypyrentrisulfosaures Natrium ferner für die elektive Sporenfärbung bei fixierten Bacillen empfohlen[11]. TH. FÖRSTER[12] hat die Oxypyrentrisulfosäure unter theoretischen Gesichtspunkten untersucht und in ihr eine eigenartige Substanz gefunden, bei welcher der Fluorescenzumschlag in Abhängigkeit vom p_H-Wert nicht mit dem Lichtabsorptionsumschlag parallel geht, wie dies sonst in der Regel bei Fluorescenzindicatoren der Fall ist.

Die enorm starke Fluorescenz des oxypyrentrisulfosauren Natriums wird durch ultraviolettes und blaues Licht erregt. Die Grenzwellenlänge für das erregende Licht liegt etwa bei 485 mμ. Das Ergebnis unserer Lichtabsorptionsmessungen stimmt befriedigend mit den Messungen von TH. FÖRSTER[12] überein.

Das Absorptionsspektrum* zeigt in neutraler wäßriger Lösung bei $\lambda = 366$ mμ einen Extinktionskoeffizienten $\varepsilon = 5000$. Das Maximum der Lichtabsorption liegt zwischen 392 und 408 mμ mit $\varepsilon \sim 11000$. Das Maximum der Fluorescenz liegt bei 510 mμ. Die Einstrahlung hatte in unserem Falle ihren Schwerpunkt bei 366 mμ**.

Bei der Messung der Fluorescenzen im PULFRICH-Photometer wurden zur Beseitigung des kurzwelligen Lichtes Gelbfilter benützt [Farbfiltergläser GG 5 der Fa. Schott u. Genossen, welche auf die beiden Objektive Ob_1 und Ob_2 (Abb. 1) aufgesteckt wurden]. Es ergab sich so eine gute Photometrierbarkeit und eine schöne grüngelbe Farbe in beiden Gesichtsfeldern. Die Einstellung auf Gleichheit der Gesichtsfelder konnte so erreicht werden, ohne daß in den beiden Hälften störende Farbtonunterschiede auftraten. Da die Trommel des Photometers bekanntlich logarithmisch geteilt ist, so ist die photometrische Einstellungsgenauigkeit auch für die Trommelzahlen zwischen 1 und 10% bei genügender Lichtstärke der Vergleichsfluorescenz bei Einstellung mit der linken Trommel ebenso exakt wie bei der Stellung 100 auf der rechten Seite und auf wenige Prozente relativen Fehlers genau.

* Die Lichtabsorption von oxypyrentrisulfosaurem Natrium in wäßriger Lösung wurde aufgenommen mit einem Ultraviolettspektrographen der Fa. Huet, Paris, mit Wasserstofflampe (Gallois) und einem rotierenden Sektor.

** Vgl. S. 401, Anm.**.

Selbst Einstellungen der Größenordnung 0,3 (entsprechend einer Fluorescenzintensität von $F = 30000$, bezogen auf den Standard 100) können links noch mit einem relativen Fehler von 20—30% vorgenommen werden. Zweifellos liegt hier die Grenze der Meßgenauigkeit nicht in der Augenempfindlichkeit, sondern in der Begrenzung der Genauigkeit der Eichung für die die Meßblende bewegende Trommel, wenn es sich um so kleine Ablesungen handelt. Es liegt hier eine etwas andere Situation als bei Verwendung des Photometers zu Lichtabsorptionsmessungen vor. Die Eignung, unter Berücksichtigung dieser in der Natur des Instrumentes liegenden Grenzen, zu okularen Fluorescenzmessungen zeigen unsere im folgenden mitgeteilten Messungen. Als Tröge wurden für die konzentrierteren Lösungen von D_3* bis D_6 solche der Schichtdicke $d = 0{,}5$ cm verwendet, für D_3 bis D_4 außerdem ein Trog mit $d = 2$ cm, für die größten Verdünnungen (D_4 bis D_{10}) ein Trog der Schichtdicke $d = 5$ cm.

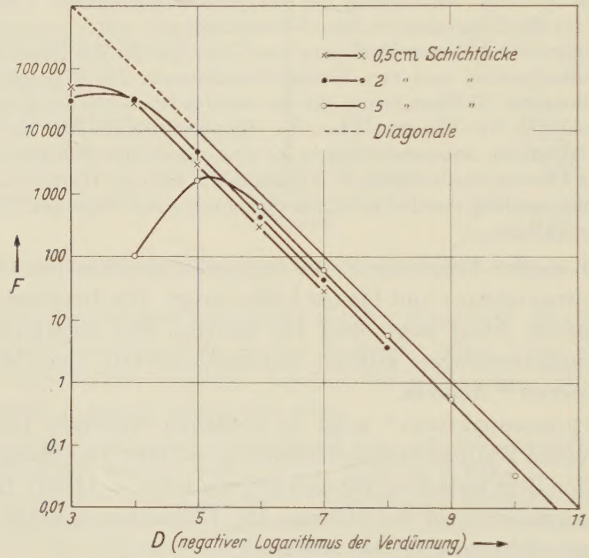


Abb. 2. Abhängigkeit der Fluorescenzintensität F von der Verdünnung bei wäßrigen Lösungen von oxypyrentrisulfosaurem Natrium.

Die Auftragungen in Abb. 2, welche unsere Meßergebnisse zeigt, sind bilogarithmisch gemacht, eine Darstellungsweise, die es gestattet, die Abhängigkeit der Fluorescenz von der Konzentration über ein großes Intervall darzustellen. Wie sich aus dieser Figur ergibt, ist die Fluorescenzintensität F jeweils von einer bestimmten Verdünnung ab bei Verwendung eines bestimmten Troges eine lineare Funktion der Konzentra-

* Die Bezeichnung D_3 bis D_{10} bedeuten die negativen Logarithmen der Konzentration, z. B. bedeutet D_4: — lg der Konzentration $1 \cdot 10^{-4}$ g/ml. Diese Schreibweise ist eine Vereinfachung, ähnlich wie die Benützung von p_H-Werten statt der Angabe von Wasserstoff-Ionenkonzentrationen. Gleichzeitig haben diese Bezeichnungen die Bedeutung von Verdünnungen, z. B. bedeutet D_4 die Verdünnung von 1:10000.

tion. Zum Vergleich ist die Diagonale eingezeichnet. Bei idealer Gültigkeit des BEER'schen Gesetzes müssen die gefundenen Kurven in genügend verdünnten Lösungen zu dieser Diagonale parallel verlaufen. In konzentrierten Lösungen ist dies nicht der Fall. Daher ist hier die Diagonale punktiert gezeichnet (vergl. auch die Diskussion).

Diese Verdünnung ist für $d = 0{,}5$ cm : D_4, für $d = 2$ cm: D_5 und für $d = 5$ cm : D_6. Mit diesen 3 Trögen läßt sich mit Hilfe eines einzigen Fluorescenzstandards ein Konzentrationsbereich von 1:1000 (D_3) bis 1:10 Milliarden (D_{10}) erfassen. Die Kurve für die Schichtdicke $d = 0{,}5$ wird so erhalten, daß der TYNDALL-Kegel anvisiert wird, wie in Abb. 3b (S. 407) gezeigt wird. Diese Beobachtungsart ist etwas verschieden von der, wie sie bei der Entwicklung des Gerätes für Trübungs- und auch für Fluorescensmessungen von SAUER angegeben wurde (Abb. 3a, S. 407). Dabei muß berücksichtigt werden, daß das Gerät ursprünglich für die Messung von Trübungen, welche relativ kleinen „scheinbaren" Lichtabsorptionen entsprechen, entwickelt wurde. Nun sind bekanntlich dann, wenn das PULFRICH-Photometer zu Lichtabsorptionsmessungen verwendet wird, Trommeleindrehungen unter 1% schon mit relativ großen Meßfehlern behaftet. Wie G. HANSEN[13] gezeigt hat, kommt dies daher, daß das sogenannte „falsche" Licht bei den so gemessenen großen Extinktionen — einer Trommeleindrehung auf 1% würde ja einer Extinktion von 2,0 entsprechen — bereits sich auf die Meßgröße stark auswirkt. Man vermeidet daher, wenn irgend möglich, beim PULFRICH-Photometer Trommeleindrehungen unter 10, wenn man Lichtabsorptionen mißt. Ganz anders ist die Lage bei Fluorescenzmessungen. Hier sind mehrere Fälle möglich. Ist die gemessene Lösungsfluorescenz größer als die Standardfluorescenz, welche sich auf der rechten Seite befindet, so müssen die Trommeleindrehungen auf der linken Seite erfolgen. Da es, wie wir feststellten, Fluorescenzen gibt, die bis zur 500fachen Stärke der Standardfluorescenz ansteigen (z. B. die hier untersuchte Oxypyrentrisulfosäure als Natriumsalz), so erhält man in diesem Falle Trommeleinstellungen in der Gegend von 0,2 auf der linken Seite. Da die Lichtintensität der Fluorescenz dabei von der gleichen Größe wie die des Standards ist, so befindet man sich auch bei diesen kleinen Trommelwerten in einem Lux-Bereich, der eine hervorragende Einstell- und Meßmöglichkeit gestattet*. Dabei ist es förderlich, daß die Trommelteilung logarithmisch ist. Wenn man diese besonderen Verhältnisse der Fluorescenzintensitäten bei der Konstruktion eines solchen Meßgerätes, wie es das PULFRICH-Photometer darstellt, berücksichtigen will, kann durch die Anbringung von

* Dies wurde bei den Lösungen D_4 und D_5 ausgeführt. Es wurde dazu ein durch Belichtung geschwärzter und entwickelter Film verwendet, der eine Lichtschwächung von 100 auf 2% bewirkte ($E = 1{,}71$). Dieser Film wurde links hinter die Glasscheibe auf das Objektiv (Ob_1) gesetzt.

schwächenden Graufiltern auf der Seite der Lösung allerdings eine noch größere Einstellgenauigkeit erzielt werden. Bei fortschreitender Verdünnung der Lösungen kommt dann bei solchen schwachen Fluorescenzen eine Konzentration, bei welcher die Standardfluorescenz gleich der Lösungsfluorescenz wird. Hier stehen beide Trommeln des Photometers auf 100. Dies ist hier bei oxypyrentrisulfosaurem Natrium bei Konzentrationen zwischen $1{,}6 \cdot 10^{-7}$ und $3{,}5 \cdot 10^{-7}$ g/ml der Fall. Bei weiterer Verdünnung fällt die Fluorescenzintensität nun immer weiter und die Trommeleindrehungen erfolgen jetzt an der rechten Trommel, d. h. auf seiten der Standardfluorescenz, welche damit auf die gleiche Stärke wie die Lösungsfluorescenz geschwächt wird. Schließlich fällt die Stärke der Fluorescenz bei weiterer Verdünnung so weit, daß sie in die Größenordnung der Fluorescenz des Lösungsmittels oder auch der Streuungseffekte des Lösungsmittels (TYNDALL-Effekt, RAMAN-Effekt) reicht. Dieser 3. Meßbereich ist besonders schwierig meßtechnisch zu bearbeiten. Rein theoretisch sollte dann, wenn man diese kleinen, durch das Lösungsmittel hervorgerufenen Lichteffekte gleich 100 setzt, noch etwa 1% von ihnen in Differenzierungsmessungen mit dem PULFRICH-Photometer festgestellt werden können. Die im folgenden mitgeteilten Messungen zeigen jedoch, daß man nicht ganz soweit kommt. Dies liegt daran, daß es sich hier um sehr lichtschwache Erscheinungen handelt, bei denen das Auge bereits an der Grenze seiner Leistungsfähigkeit angekommen ist*.

Wir fanden nun, daß für die konzentrierteren Lösungen (D_4) die Lichtausbeute an Fluorescenzlicht verbessert werden kann, wenn der Trog mit der Lösung nicht symmetrisch in der Mitte des durch die Kammer (*Ka*) gebildeten Zylinders steht (in Aufsicht dargestellt als Kreis), Abb. 3a, S. 407, sondern wenn die innere Kante der planparallelen Stirnplatte (St) des Troges (Tr) den Mittelpunkt berührt (Abb. 3b). Dies läßt sich verstehen, wenn man überlegt, daß bei solchen Lösungen praktisch vollständige Lichtabsorption in dünnsten Schichten erfolgt. Es muß daher der Mittelpunkt dieser dünnsten Schicht direkt in der Achse des beobachtenden Auges (↑) liegen, weil sonst durch Lichtabsorption in dem dem Beobachtungsfeld vorgelagerten Feld des Troges, wenn dieses auch noch so klein ist, Licht-

* Eine rohe Überschlagsrechnung ergibt folgendes: Nach MEYER und SEITZ („Ultraviolette Strahlen", S. 9. Verlag de Gruyter, Berlin 1950) liefert eine Quecksilberlampe mit 250 Watt Leistungsaufnahme etwa 10 Watt der Wellenlänge 366 mμ. Das in Abb. 1 (S. 402) ersichtliche Blendensystem und das UV-Filter schwächen diese Leistung auf 1/100 bis 1/200, so daß etwa 0,05—0,1 Watt in die Lösung eintreten. Hiervon gelangt wieder nur ein Bruchteil infolge sekundärer Ausblendung beim Anvisieren ins Auge. Wenn nun die schwächsten meßbaren Fluorescenzintensitäten etwa 1/1000000 der bei völliger Umwandlung des Lichtes in Fluorescenz beobachteten betragen, so liegen die dem Auge zugemuteten Leistungen unter 10^{-7} Watt. Diese kleinen Energiebeträge werden mit dunkel adaptiertem Auge nach einer gewissen Anpassungszeit im verdunkelten Raum jedoch noch gut wahrgenommen.

absorptionen eintreten, welche Schwächungen des Fluorescenzlichtes im Beobachtungsfeld[6] (S. 48)* bewirken. Hinsichtlich des Beobachtungswinkels von 45° zur Richtung des eingestrahlten erregenden Lichtes ist eine solche Beobachtungsart mit der von SAUER[14] angegebenen identisch. Sie gibt, wie Messungen mit dem Trog $d = 0{,}5$ cm zeigen, bis herab zu D_7 brauchbare Werte. Dabei werden die mit Wasser bestimmten Trogkorrekturen (Blindwerte) jeweils abgezogen. Werden die Fluorescenzintensitäten schwächer, so spielen, wie wir feststellen mußten, diese Blindwerte jedoch eine sehr störende Rolle, und bei Fluorescenzintensitäten der Größenordnung $F = 0{,}1$ überwiegen die Blindwerte den Meßwert um ein

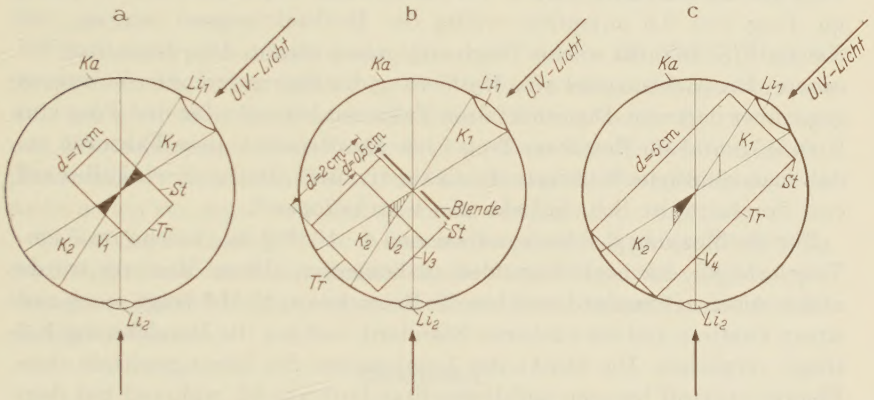


Abb. 3. Fluorescierende Volumina bei verschiedenen Trogstellungen und Trogdicken (angedeutet durch Schwärzung, Schraffierung, Punktierung und Abgrenzung. Erklärung im Text).

Vielfaches. Es ergab sich nun durch von uns angestellte Versuche, daß die Blindwerte der Tröge von 0,5 cm hauptsächlich bedingt sind durch Luminescenzerscheinungen an den beiden begrenzenden planparallelen Trogplatten, die im Gesichtsfeld liegen, beim 2 cm-Trog durch die Stirnplatte. Denn wir konnten zeigen, daß dann, wenn man durch Übergang auf einen 5 cm-Trog die begrenzenden Trogplatten aus dem Gesichtsfeld nimmt, der Blindwert auf $^1/_{10}$ und weniger sinkt. Damit entfällt allerdings die Anvisierung des Troges bei V_1 und V_2 nach Abb. 3a und 3b, sie erfolgt nun, wie dies Abb. 3b und 3c zeigen, bei V_3 und V_4. Die Blende fällt bei Abb. 3c weg. Da jede der 3 Schichtdicken 0,5 cm, 2 cm und 5 cm unter etwas anderen Bedingungen gemessen wurden, nämlich

* Ist eine größere lichtabsorbierende Schicht dem Beobachtungsfeld vorgelagert, wie dies beim 5 cm-Trog der Fall ist, so durchläuft mit steigender Konzentration die Fluorescenzintensität ein Maximum. Auch dieses kann aus der Lichtabsorption berechnet werden. Zur Verdeutlichung der fluoreszierenden Volumina sind diese schwarz, schraffiert, punktiert oder abgegrenzt, dargestellt, Li_1 und Li_2 sind Linsen, K_1 und K_2 die Kegel des Primär-Lichtes.

0,5 cm mit Blende vor der Stirnplatte der Küvette und normaler Anvisierung, wie sie Sauer beschreibt, $d = 2$ cm mit Blende und Abänderung der Troganvisierung wie unter Abb. 3c, so können die 3 Verdünnungskurven (Abb. 2, S. 404) sich nicht decken, sondern sind, da jeweils Änderungen des anvisierten fluorescierenden Volumens erfolgten, gegeneinander parallel verschoben. Diese Parallelverschiebungen sind aber nicht nur auf Änderungen des fluorescierenden Volumens zurückzuführen, sondern auch darauf, daß einmal mit und einmal ohne Blende gearbeitet werden mußte. Am besten werden die Werte dadurch auf einen einheitlichen Nenner gebracht, daß man mit Hilfe eines Umrechnungsfaktors auf den Trog mit der Schichtdicke $d = 1{,}0$ als Normale bezieht. Die Beobachtung im Trog von 0,5 entspricht völlig der Beobachtungsart wie sie von Sauer[14] (S. 153) für solche Tröge angegeben wurde. Allerdings liegt bei unserer Beobachtungsart eine Halbierung des fluorescierenden Volumens gegenüber dort vor. Die ermittelten Faktoren betragen für den Trog von 2 cm 0,75 und für den 5 cm-Trog 1,00. Man benützt diese Faktoren so, daß man sämtliche Meßwerte durch sie dividiert. Dadurch wird alles auf eine durchstrahlte Schichtdicke von 1 cm bezogen*.

Für die Messung der Konzentrationen $1 \cdot 10^{-10}$ g/ml, welche im 5 cm-Trog erfolgte, ist noch folgendes zu bemerken. Diese Messung wurde außer mit dem Standard, welcher die Bezeichnung** D 5 trägt, noch mit einem zweiten, viel schwächeren Standard, welcher die Bezeichnung E 5 trägt, verglichen. Die Stärke der Luminescenz des Lösungsmittels ohne Fluorescenzstoff bezogen auf diesen Standard war 55, während mit dem Fluorescenzstoff in der Verdünnung D_{10} 65 gemessen wurde. Hier beträgt also die Fluorescenz nur noch wenige Prozent der Luminescenz des Lösungsmittels. Der Standard E 5 verhält sich in seiner Lichtstärke zum Standard D 5 wie 1:160. Die Feststellung, daß die Fluorescenz von oxypyrentrisulfosaurem Natrium in wäßriger Lösung bei dieser Versuchsanordnung bereits bei D_{10} in die Größenordnung der Trogkorrekturen fällt und nur noch ein Bruchteil von diesen ist, ist nicht nur für unsere

* Der Faktor 0,75 für den 2 cm-Trog kann am besten an Hand der Abb. 3b gedeutet werden. Man ersieht daraus, daß das beobachtete fluorescierende Volumen um die Hälfte größer geworden ist als bei dem Trog von 0,5 cm. Beim 5 cm-Trog wird dagegen die volle Schicht des fluorescierenden Volumens wie bei Sauer, nämlich 1 cm erreicht. Da im 5 cm-Trog nur Lösungen mit kleiner Lichtabsorption untersucht wurden, so treten dort offenbar die von Sauer beschriebenen vereinfachten Bedingungen ein, es liegt hier eine wirksame Schichtdicke von 1 cm vor. Statt mit Volumina kann man daher für die 3 Tröge auch mit folgenden wirksamen Schichtdicken rechnen:

d	wirksame Schichtdicke
0,5	0,5
2,0	0,75
5,0	1,00

** Diese Bezeichnung des blauen Fluorescenzstandards hat nichts zu tun mit der Verdünnungsbezeichnung D_5.

Apparatur, sondern ganz allgemein von Interesse. Denn die Fluorimetrie arbeitet auch bei der Verwendung von Photozellen vielfach mit keiner größeren Lichtreinigung als wir dies hier getan haben. Da nun andererseits nach den eingehenden Studien von H. v. Halban u. Mitarb.[15-18] an Lichtabsorptionsmessungen festgestellt wurde, daß die Photozelle es möglich macht, 0,01% der Änderung der Lichtintensität noch zu messen, so kann man für die hier vorliegenden fluorimetrischen Messungen folgern, daß ein Fluorescenzwert von 0,01% der Lösungsmittelluminescenz mit Photozellen noch gerade wahrnehmbar sein müßte, wenn diese in der von v. Halban und Siedentopf[17] angegebenen und später von ihm mit Ebert[16], Eisenbrand[17] und Kortüm[18] weiter ausgebauten Apparatur gemessen werden.

Für das oxypyrentrisulfosaure Natrium müßte dann eine Konzentration von D_{13} entsprechend $1 \cdot 10^{-13}$ g/ml fluorimetrisch gerade noch wahrnehmbar sein. Bei diesen schwachen Lichterscheinungen wird man mit Photoelektronenvervielfachern nach Rajewski[19] oder mit Multiplizierzellen* voraussichtlich zum Ziele kommen. Entsprechende Versuche sollen zur gegebenen Zeit gemacht werden.

Ob auf der anderen Seite auch eine weitergehende spektrale Reinigung des Primär- wie des Sekundärlichtes, die notwendigerweise Lichtschwächungen mit sich bringt, noch weiter führen kann, kann heute noch nicht gesagt werden.

Diskussion.

1. Theoretische Folgerungen aus obigen Messungen.

2. Die quantitativen Beziehungen zwischen Fluorescenz und Lichtabsorption.

3. Die Prüfung der Gültigkeit des Beerschen Gesetzes auf indirektem Wege mit Hilfe von Fluorescenzmessungen.

Die Grundlage der quantitativen Behandlung der Fluorescenzerscheinungen ist die Tatsache, daß nur von einem Molekül vorher absorbiertes Licht in Fluorescenzlicht verwandelt werden kann. Für die Lichtabsorption von Stoffen in Lösungen gilt nun das Beer-Lambertsche Gesetz, welches folgende Beziehung aufstellt:

$$E = \varepsilon \cdot c \cdot d. \qquad (1)$$

In dieser Formel bedeuten bekanntlich d = Schichtdicke in Zentimetern, c = Konzentration in Mol Liter, ε den sogenannten molekularen Extinktionskoeffizienten, ferner bedeutet E die Extinktion, welche bei Lichtabsorptionsmessungen experimentell bestimmt wird und sich aus

$$\lg \frac{I_0}{I} = E$$

ergibt.

* Vgl. die zusammenfassende Literaturübersicht bei A. É. H. Meyer und E. O. Seitz[20].

Dabei ist I_o das einfallende, I das aus der Lösung austretende Licht; lg bedeutet den Logarithmus. Das von der Lösung verschluckte (absorbierte) Licht ist dann $I_o - I = I_{abs}$. Nur dieses kann in Fluorescenz verwandelt werden, und zwar ist $F = \text{constans} \cdot I_{abs}$. Dabei betrifft ferner speziell das BEER'sche Gesetz die Konstanz von ε bei wechselnder Konzentration, das LAMBERT'sche die bei wechselnder Schichtdicke.

Das BEER-LAMBERTsche Gesetz läßt sich nun so umformulieren, daß es direkt auf Fluorescenzmessungen anwendbar wird. Denn es ist:

$$\lg \frac{I_o}{I} = E = \varepsilon \cdot c \cdot d = \lg \frac{I_o}{I_o - I_{abs}}. \tag{1a}$$

Da aber $I_{abs} = \text{constans} \cdot F$, d. h. da die Fluorescenzintensität F bei einer bestimmten Konzentration der absoluten Lichtintensität direkt proportional wird, so wird:

$$\lg \frac{I_o}{I_o - I_{abs}} = \lg \frac{F}{F_k - F}. \tag{2}$$

F_k ergibt sich für den Sonderfall der genügend konzentrierten Lösung aus $I_o = k \cdot F_k$, wobei F_k die Fluorescenzintensität bedeutet, bei der I_o völlig absorbiert und ganz oder teilweise in Fluorescenz verwandelt wird. Die Konstante k gibt den Nutzeffekt der Umwandlung an. Wie aus (1a) und (2) ersichtlich ist, kann man also unter der Voraussetzung der Konstanz von k aus Fluorescenzintensitätsmessungen die Lichtabsorption berechnen und damit indirekt die Gültigkeit des BEERschen Gesetzes prüfen. Im Grenzfall sehr kleiner Lichtabsorptionen geht man zweckmäßig auf die ursprüngliche Form des Gesetzes mit dem Logarithmus naturalis zurück und erhält dann

$$\ln \frac{I_o}{I} = 2{,}3 \cdot \varepsilon \cdot c \cdot d = 2{,}3\, E.$$

Andererseits ist $\frac{I_o}{I} = \left(\frac{1}{1 - I_{abs}/I_o}\right) = 1 + \frac{I_{abs}}{I_o}$ in erster Näherung, wenn $\frac{I_{abs}}{I_o}$ klein gegen 1 ist.

Es ist weiter $\ln\left(1 + \frac{I_{abs}}{I_o}\right) = \frac{I_{abs}}{I_o} - \frac{\left(\frac{I_{abs}}{I_o}\right)^2}{2}$ (TAYLORsche Reihe) und da das zweite Glied, wenn $\frac{I_{abs}}{I_o}$ genügend klein ist, zu vernachlässigen ist, so erhält man

$$\ln \frac{I_o}{I} = \frac{I_{abs}}{I_o}.$$

Ferner ist: $I_{abs} = k \cdot F$ und somit schließlich

$$E = \frac{1}{2{,}3} \cdot \frac{I_{abs}}{I_o} = \frac{1}{2{,}3} \cdot \frac{F}{F_k} = \varepsilon \cdot c \cdot d.$$

Es ist dies mit genügend großer Annäherung für $E = 0{,}01$ und darunter der Fall.

Hieraus ergibt sich weiter, daß

$$F = 2{,}3 \cdot E \cdot F_k \quad \text{und} \quad E_1 : E_2 = F_1 : F_2 = c_1 : c_2 \quad \text{oder}$$

$$\frac{F_1}{c_1} = \frac{F_2}{c_2} = \text{Konst.}$$

Hieraus ergibt sich weiter für genügend verdünnte Lösungen eine sehr einfache Prüfungsmöglichkeit des BEERschen Gesetzes. Diese wurde von uns mit Hilfe der oben mitgeteilten Messungen durchgeführt, die Ergebnisse sind in Tab. 1 zusammengestellt (siehe auch Abb. 2).

Tabelle 1. *Prüfung des* BEERschen *Gesetzes.*

Konzentration g/ml*	$\Phi \cdot 10^{-8}$**		
	$d = 0{,}5$, $w = 0{,}5$***	$d = 2$, $w = 0{,}75$	$d = 5$, $w = 1$
$1 \cdot 10^{-3}$	1,0	0,41	—
$1 \cdot 10^{-4}$	5,58	4,05	0,11
$1 \cdot 10^{-5}$	6,00	6,40	1,66
$1 \cdot 10^{-6}$	5,86	5,75	6,02
$1 \cdot 10^{-7}$	—	5,82	6,02
$1 \cdot 10^{-8}$	—	—	5,32
$1 \cdot 10^{-9}$	—	—	5,20
$1 \cdot 10^{-10}$	—	—	(3,40)****
Mittelwerte:	$5{,}75 \pm 0{,}35$	$6{,}07 \pm 0{,}33$	$5{,}61 \pm 0{,}41$ (4,3 $\pm$ 0,9)

* Der Konzentration $1 \cdot 10^{-4}$ g/ml entspricht die molare Konzentration $1{,}84 \cdot 10^{-4}$ Mol/l usw.

** Der Wert für Φ ist ermittelt, wie folgt: $\dfrac{F}{\text{Konzentration} \cdot \text{wirksame Schichtdicke}} = \Phi$.

*** w bezeichnet die wirksame Schichtdicke, d die Trogdicke.

**** Die Werte für $1 \cdot 10^{-10}$ sind, da sie nur mit geringerer Meßgenauigkeit ermittelt sind, eingeklammert. Der Wert 4,3 ist aus 5,20 und 3,40 gemittelt, die Fehlergrenze 0,9 bezieht sich hierauf.

Wie aus dieser Tabelle ersichtlich ist, konnte mit der hier beschriebenen Meßanordnung das BEERsche Gesetz bestätigt werden zwischen

D_4 und D_6 mit 6,1% relativem Fehler mit $d = 0{,}5$ cm
D_5 und D_7 mit 5,5% „ „ „ $d = 2$ cm
D_6 und D_9 mit 7,3% „ „ „ $d = 5$ cm
D_9 und D_{10} mit 21% „ „ „ $d = 5$ cm†

† Diese Fehlergrenzen mögen auf den ersten Blick hin relativ etwas groß erscheinen. Tatsächlich kann das Auge ja bei nicht zu schwachen Lichterscheinungen 2 Lichtintensitäten auf etwa 1% genau vergleichen. Offenbar liegt aber ein Gang in den Messungen vor, der wohl darauf zurückzuführen ist, daß Mehrfachfluorescenzen sich nicht ganz vermeiden lassen. Es ist ferner zu bedenken, daß die gefundenen Fehler für relativ große Konzentrationsspannen in Betracht kommen. Verwendet man Eichkurven, so ist, unbeschadet der oben gefundenen, wahrscheinlich apparativ bedingten Abweichungen vom BEER-LAMBERTschen Gesetz, eine Konzentrationsbestimmung mit kleineren Fehlern möglich.

Bei der Betrachtung obiger Zahlen ergibt sich, daß für Konzentrationsbestimmungen die Gegend zwischen D_4 und D_7 am besten geeignet ist, aber auch bis D_9 herab können noch mit etwas erweiterter Fehlergrenze brauchbare Konzentrationsbetimmungen ausgeführt werden, bei der Verdünnung D_{10} ist die Bestimmung immerhin schon mit 21% relativem Fehler behaftet. Wenn man jedoch bedenkt, daß man mit Lichtabsorptionsmessungen unter gleichen Schichtdickenverhältnissen niemals in Verdünnungen von D_7—D_{10} vordringen kann, so können auch solche Messungen für manche Zwecke noch von Nutzen sein.

Im ganzen gesehen liegen bei der Fluorimetrie also ähnlich einfache Verhältnisse vor wie bei der Colorimetrie. In beiden Fällen braucht man zur Prüfung des Beerschen Gesetzes die absoluten Extinktionskoeffizienten und auch die Fluorescenzausbeuten gar nicht zu kennen, sondern man muß nur die Voraussetzung ihrer Konstanz über ein bestimmtes Konzentrationsgebiet machen. Die Prüfung des Beerschen Gesetzes zeigt dann, ob die Voraussetzungen erfüllt sind.

Nachdem der Nachweis der Gültigkeit des Beerschen Gesetzes für oxypyrentrisulfosaures Natrium in wäßrigen Lösungen bis in die hohen Verdünnungen von 10^{-9} bis 10^{-10} g/ml erbracht werden konnte, dürfte es jedoch außerdem noch nützlich sein, die Lichtabsorptionsverhältnisse, die bei diesem Fluorescenzstoff vorliegen, selbst etwas näher zu betrachten, da sie einen wertvollen *quantitativen* Vergleich der Empfindlichkeit einer Messung der Lichtabsorption mit der einer Messung der Fluorescenz gestatten.

Die Empfindlichkeit einer Bestimmung der Lichtabsorption E, welche oft und eingehend diskutiert wurde*, ist nun folgende: Bei $E = 0{,}004$ liegt bei okularen Messungen die Leistungsgrenze** des Auges. E-Werte von 10facher Größe können also hierbei noch auf etwa 10% genau gemessen werden. Für eine Lösung von $1 \cdot 10^{-4}$ g/ml oxypyrentrisulfosaurem Natrium entsprechend $1{,}84 \cdot 10^{-4}$ Mol/Liter und eine Schichtdicke $d = 1$ cm ergibt sich hieraus eine Extinktion $E = 5000 \cdot 1 \cdot 1{,}84 \cdot 10^{-4} = 0{,}92$.

Für die oben mitgeteilten wirksamen Schichtdicken von 0,5 cm, ferner 0,75 cm und 1,00 cm lassen sich dann die entsprechenden Lichtabsorptionen aus dem Beerschen Gesetz berechnen. Sie betragen: 0,46 bzw. 0,79 und 0,92. Für die Verdünnung $1 \cdot 10^{-10}$ g/ml und bei Verwendung des Troges von $d = 5$ cm ergibt sich dann eine Lichtabsorption von 0,00000092. Diese Extinktion ist mit keiner noch so genauen direkt arbeitenden Lichtabsorptionsmethode mehr meßbar. Die Messung der Fluorescenzintensität gestattet es jedoch, solche kleine absorbierte Lichtmengen indirekt mit Hilfe des wiederausgestrahlten aber vorher absorbierten Lichtes zu messen. Dabei sind die absorbierten Lichtmengen ein

* Vgl. besonders die zusammenfassende Darstellung bei G. Kortüm[21].

** Vgl. auch Hansen[13].

Bruchteil von weniger als 0,00023% des gesamten eingestrahlten Lichtes, und nur die Tatsache, daß das intensive eingestrahlte Licht nicht in das Auge des Beobachters gelangt, sondern lediglich das schwache Fluorescenzlicht, ermöglicht überhaupt die Beobachtung der geringen absorbierten Lichtmengen. Tab. 2 gibt einen Überblick über diese Zusammenhänge. In Spalte 1 ist die Extinktion $E = \lg \frac{I_o}{I}$, in Spalte 2 das eingestrahlte Licht I_o, in Spalte 3 das die Lösung unabsorbiert verlassende Licht I, in Spalte 4 ist das in Fluorescenz umwandelbare absorbierte Licht I_{abs}, welches sich als Differenz aus $I_o - I$ ergibt, eingetragen.

Tabelle 2. *Verknüpfung Lichtabsorption - Fluorescenz*; BEER-LAMBERT*sches Gesetz.*

$$\lg \frac{I_o}{I} = E = \varepsilon \cdot c \cdot d = \lg \frac{I_o}{I_o - I_{abs}}$$

$E_{1\,cm}$	I_o	$I = I_o - I_{abs}$	I_{abs}	
1	2	3	4	
1,0	100	10	90	in Fluorescenz umwandelbar
0,1	100	79,3	20,7	
0,01	100	97,7	2,3	
0,001	100	99,77	0,23	
0,0001	100	99,977	0,023	
0,00001	100	99,9977	0,0023	
0,000001	100	99,99977	0,00023	

Man sieht, daß mit immer größerer Verdünnung die umwandelbaren Mengen immer kleiner werden und schließlich nur noch sehr kleine Beträge des gesamten eingestrahlten Lichtes (Spalte 2) ausmachen. Sind von vornherein statt 100% nur 80% des absorbierten Lichtes in Fluorescenz umwandelbar, so ist F wie früher abgeleitet, mit einer Konstante proportional I_{abs}.

Diese Konstante drückt die Fluorescenzausbeute aus. Für die folgenden Betrachtungen kann man diesen Faktor vernachlässigen, insbesondere da er sich bei den zahlreichen Anwendungen der Fluorimetrie, bei denen es sich um Proportionen zwischen zwei Konzentrationen und den zugehörigen Fluorescenzintensitäten handelt, heraushebt. Auch von einer anderen Seite her ist das genaue Studium so kleiner Lichtabsorptionen von Bedeutung: Wie man aus der Tab. 2 ersieht, entsprechen einem Werte der Lichtabsorption $E = 0{,}00001$ nur noch 0,0023% aus der Gesamteinstrahlung absorbierten Lichtes. Der oben angegebene Lichtabsorptionswert für die Verdünnung 10^{-10} g/ml liegt bereits unter diesem Wert. Nun haben VON HALBAN und EBERT[16] (S. 335) die Beeinflussung von direkten Messungen kleiner Lichtabsorptionen bei der Entwicklung ihrer Meßverfahren der Lichtabsorption diskutiert und auch die Streuung des Lichtes in ihre Betrachtungen mit einbezogen. Sie

haben mit den von Martin[22] ermittelten und durch Streuung verursachten scheinbaren Extinktionskoeffizienten für Wasser von $\alpha = 1{,}1 \cdot 10^{-5}$ gerechnet. Dies entspricht einer „scheinbaren" Lichtabsorption von $E = 0{,}000011$ für die Trogdicke $d = 1$ cm. Nun setzt sich die Streuung aus Raleigh-Streuung und Raman-Streuung zusammen. Bei der guten Lichtfilterung und der hohen Selektivität des Auges, besonders unter Anwendung von Gelbfiltern, dürfte die Raleigh-Streuung der Linie 366 mμ den Meßvorgang wenig stören. Wesentlicher ist die Störmöglichkeit durch die gegenüber 366 mμ frequenzverschobene Raman-Strahlung des Wassers, die ja ähnlich wie die Fluorescenz das kürzerwellige Licht in längerwelliges verwandelt. Hieraus dürfte sich erklären, daß die von uns im 5 cm-Trog mit der wirksamen Schichtdicke 1,00 cm gefundenen Blindwerte für die Fluorescenz nur auf einen Bruchteil der von von Halban und Ebert diskutierten „scheinbaren" Lichtabsorptionen zurückgeführt

Tabelle 3. *Empfindlichkeit des Nachweises durch Fluorescenz.*

Name	Art des Nachweises	Autoren	Geringste bisher nachgewiesene Menge g/ml oder g/g
		Anorganische Stoffe	
Thallium	als Chlorid	Sill u. Peterson[23]	$2 \cdot 10^{-8}$
Zink	mit Oxychinolin	eig. Bestimmung[24]	$1 \cdot 10^{-8}$
Uran	E	Rodden[25]	$1 \cdot 10^{-11}$*
Sauerstoff	Löschung der Fluorescenz von Trypaflavin	Kautsky u. Müller[26]	$3 \cdot 10^{-13}$*
		Organische Stoffe	
Orange I	Reduktion	eig. Bestimmung[27]	$1 \cdot 10^{-8}$
Neucoccin	Reduktion	eig. Bestimmung[27]	$2{,}5 \cdot 10^{-9}$
Naphthionsäure	E	eig. Bestimmung[27]	$1 \cdot 10^{-9}$
Adrenalin	$NaOH + O_2$	Lehmann u. Michaelis[28]	$1 \cdot 10^{-9}$*
Porphyrin	E	Dhéré[4]	$1 \cdot 10^{-9}$
Vitamin B_1	Oxydat. (Thiochrom)	Kuhn u. Vetter[29]	$5 \cdot 10^{-10}$
Chininsulfat	E	Canals u. Peyrot[7]	$4 \cdot 10^{-10}$
Benzpyren	E	Specker-Münster[30]	$1{,}3 \cdot 10^{-10}$
Anthracen	E	Pringsheim u. Vogel[31]	$1 \cdot 10^{-10}$
Fluorescein	E	Prinsheim u. Vogel[31]	$1 \cdot 10^{-10}$
Oxypyrentrisulfosaures Na	E	eig. Bestimmung[32]	$1 \cdot 10^{-10}$
Hydrastinin	E	Bayle u. Fabre[3]	$1 \cdot 10^{-11}$

Zeichenerklärung: E = Eigenfluorescenz; R = Anregung mit Hg-Resonanzlinie 253,7 mμ.

* Hier sind nicht g/ml, sondern absolute Grammengen angegeben.

werden können. Die allgemeinen Folgerungen, welche sich aus der Feststellung solcher durch Streuung bedingter Blindwerte oder O-Pegel auch für die fluorimetrischen Messungen in größter Verdünnung ergeben, wurden bereits oben gezogen. Tab. 3 zeigt nun eine Zusammenstellung der nach den Angaben verschiedener Autoren bisher bei Anwendung der Fluorimetrie erreichten Empfindlichkeiten. Zweifellos waren für die Ermittlung der Empfindlichkeitsgrenze jeweils die Bedürfnisse des zur Untersuchung in Frage stehenden Problems maßgebend, und es wird sicherlich möglich sein, die Nachweise einer Reihe dieser Substanzen, wie oben dargelegt, noch um eine bis mehrere Zehnerpotenzen zu erhöhen. Abgesehen davon beweisen diese Zahlen die im Laufe der hier besprochenen Untersuchungen getroffene Feststellung, daß die indirekte Messung der Lichtabsorption mit Hilfe der Fluorescenz wesentlich größere Nachweisempfindlichkeiten erreichen läßt als die direkte Lichtabsorptionsmessung.

Die hier gewonnenen Ergebnisse haben auch für die Praxis der Fluorescenzuntersuchungen auf allen möglichen Anwendungsgebieten Bedeutung. Es ist z. B. bekannt, daß durch Fluorescenzuntersuchungen in der Mikroskopie, bei chromatographischen Untersuchungen, bei der Werkstoffprüfung mit Hilfe der Anwendung fluorescierender Tinten vielfach Kontraste zum Vorschein kommen, die bei einer einfachen Beobachtung im Tageslicht nicht bemerkt werden können. Die Tatsache, daß kleinste Lichtabsorptionen im dunklen Raum noch sichtbare Fluorescenzen ergeben können, während sie beim Tageslicht nicht mehr wahrnehmbar sind, gibt quantitativ die Erklärung hierfür und läßt nun mit Hilfe der gleichzeitigen Ermittlung der physikalischen Konstante des Extinktionskoeffizienten auch vorausberechnen, unter welchen Umständen solche Kontraste am besten herzustellen sind.

Literatur.

[1] Mecklenburg, W., und S. Valentiner: Physik. Z. **15**, 267 (1914); vgl. diese Z. **55**, 52 (1916). — [2] Perrin, F.: C. R. Acad. Sci. Paris **178**, 1978 (1924). — Chem. Zbl. **1924** II, 1057. — [3] Bayle, E., und R. Fabre: C. R. Acad. Sci. Paris **178**, 2181 (1924). — Chem. Zbl. **1924** II, 1158. — [4] Dhéré, Ch.: La fluorescence en biochimie. Les presses universitaires de France, Paris 1937. — [5] Enneking, J.: Diss. Hannover 1930. — [6] Danckwortt-Eisenbrand: Luminescenzanalyse im filtrierten ultravioletten Licht. 5. Aufl. Akadem. Verlagsgesellschaft, Leipzig 1949. — [7] Canals, E., und P. Peyrot: J. Pharmac. Chim. (8) **22**, 364 (1935); (8) **23**, 292 (1936). — [8] Eisenbrand, J., und G. Siewert: Arch. Pharmaz. Ber. dtsch. pharmaz. Ges. **272**, 428 (1934). — [9] Strugger, S.: Naturwissenschaften **31**, 181 (1943). — [10] Brockmann, H., und E. Beyer: Angew. Chem. **63**, 133 (1951); vgl. diese Z. **135**, 122 (1932). — [11] Krieg, A.: Klin. Wschr. **31**, 350 (1953). — [12] Förster, Th.: Z. Elektrochem. angew. physik. Chem. **54**, 42 (1950). — [13] Hansen, G.: Optik **8**, 251 (1951). — [14] Sauer, H.: Z. techn. Physik **12**, 148 (1931). — [15] von Halban, H., und K. Siedentopf: Z. physik. Chem. **100**, 208 (1929). — [16] von Halban, H., und L. Ebert: Z. physik. Chem. **112**, 321 (1924). — [17] von Halban, H., und J. Eisenbrand: Z. wiss. Photogr., Photophysik Photochem. **25**, 138 (1928). — [18] von Hal-

BAN, H., und G. KORTÜM: Z. physik. Chem., A., **170**, 212 (1934). — [19] RAJEWSKI, B.: Physik. Z. **32**, 121 (1931). — [20] MEYER, A. E. H., und E. O. SEITZ: Ultraviolette Strahlen. W. de Gruyter Berlin 1949. — [21] KORTÜM, G.: Colorimetrie und Spektralphotometrie. 2. Aufl. Springer 1948. — [22] MARTIN: J. physic. Chem. **26**, 476 (1922). — [23] SILL, C. W., und H. E. PETERSON: Analyt. Chemistry **21**, 1266 (1949); vgl. diese Z. **131**, 370 (1951). — [24] EISENBRAND, J.: Pharmaz. Ztg. **75**, 1033 (1930). [25] RODDEN, C. J.: Analyt. Chemistry **21**, 333 (1949); vgl. diese Z. **132**, 370 (1951). — [26] KAUTSKY, H., und G. O. MÜLLER: Naturforsch. **2 A**, 167 (1947). — [27] EISENBRAND, J.: Dtsch. Lebensmittel-Rdsch. **47**, 215 (1951). — [28] LEHMANN, G., und MICHAELIS: Z. Arbeitsphysiol. **12**, 52 (1941). — [29] KUHN, R., und H. VETTER: Ber. dtsch. chem. Ges. **68**, 2375 (1935). — [30] SPECKER, H.: Z. wiss. Photogr., Photophysik Photochem. **40**, 276 (1941). — [31] PRINGSHEIM, P., und M. VOGEL: Interscience Publ., New York 1946. — [32] Diese Arbeit.

Dr. J. EISENBRAND, Saarbrücken, Mainzer Str. 233.

Aus dem Forschungslaboratorium der Phrix G.m.b.H., Neumünster.

Anwendung der Papierchromatographie zur Beurteilung des Reaktionsverlaufs bei Hydrierungen.

Von

W. IRION und E. MOOSMÜLLER.

Mit 6 Textabbildungen.

(Eingegangen am 15. September 1953.)

Vor kurzem berichteten O. MOLDENHAUER und Mitarb. über die Darstellung einiger ω-Aminosäuren, die sie durch katalytische Hydrierung der entsprechenden Nitril- bzw. Nitroverbindungen erhielten[1].

Es handelt sich dabei um die *5-Aminoäthyl-furan-2-carbonsäure* und deren Ester, welche durch Reduktion der entsprechenden Cyanmethylverbindungen erhalten wurden, sowie um die *ε-Amino-γ-oxo-n-capronsäure* und die entsprechende *Oxysäure*, die sich bei der Reduktion der ε-Nitro-γ-oxo-n-capronsäure ergaben.

Wir haben das papierchromatographische Verhalten dieser Verbindungen im Vergleich mit verwandten Testsubstanzen, z. B. der ε-Aminocapronsäure und ζ-Aminoönanthsäure untersucht und dabei festgestellt, daß die verschiedenen Typen der neu dargestellten Aminosäuren mit Ninhydrin sehr unterschiedliche Farbreaktionen geben. So zeigen sich die 5-Aminoäthylfuran-2-carbonsäure und ihre Derivate durch grüne bis blaugrüne Flecke* an (Abb. 1); die ε-Amino-γ-oxo-n-capronsäure gibt eine leuchtend gelbbraune und die entsprechende Oxysäure die bei

* Interessant ist in diesem Zusammenhang, daß das niedrigere Homologe (Aminomethylverbindung) mit Ninhydrin mit Orange anspricht (Abb. 1), das höhere Homologe (Aminopropylverbindung) mit Violett.

den meisten Aminosäuren übliche violette Farbreaktion, jedoch mit einem unverkennbaren Stich ins Bräunliche (Abb. 2). Das Lacton der letzten spricht mehr gelbbraun an.

Da somit hier die Farbe der Ninhydrinkomplexe in den Chromatogrammen neben dem R_f-Wert ein besonders charakteristisches Merkmal darstellt, können die genannten Verbindungen leicht nebeneinander erkannt werden. Es bietet sich damit die Möglichkeit, durch Chromato-

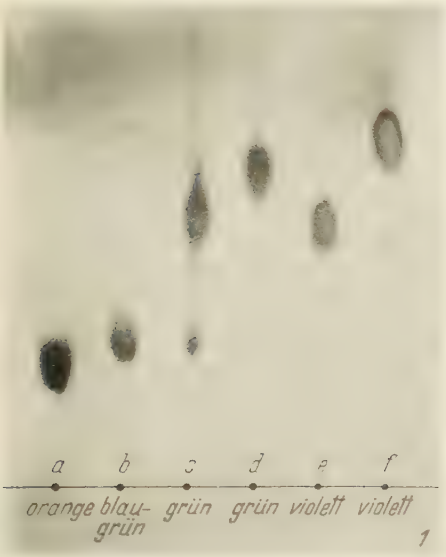


Abb. 1. *a* 5-Aminomethylfuran-2-carbonsäure, *b* 5-Aminoäthylfuran-2-carbonsäure, *c* Methylester von *b*, *d* Äthylester von *b*, *e* ε-Amino-önanthsäure, *f* Äthylester von *d*. Mit Ninhydrin entwickelt.

Abb. 2. *a* ε-Amino-γ-oxo-n-capronsäure, *b* Methylesterhydrochlorid von *a*, *c* ε-Amino-γ-oxy-n-capronsäure, *d* ζ-Amino-n-capronsäure, *e* Äthylester von *d*. Mit Ninhydrin entwickelt.

graphieren der Hydrierlösungen schon vor deren Aufarbeitung einen eindeutigen Einblick in den Hydrierungsverlauf zu erhalten, wodurch die präparative Trennung der Reaktionsprodukte wesentlich erleichtert wird.

Hinzu kommt, daß auch die bei der Hydrierung entstehenden Nebenprodukte, welche keine Ninhydrinreaktion geben, z. B. sekundäre Amine, Desaminierungsprodukte usw. in vielen Fällen neben den Hauptprodukten sichtbar gemacht werden können, wenn man das Chromatogramm doppelt ansetzt und den einen Teil mit Ninhydrin, den anderen Teil mit den für organische Säuren üblichen Indicatoren Bromphenolblau oder Bromkresolgrün[2] besprüht; vorwiegend saure Komponenten sprechen dabei gelb, vorwiegend basische blau an. Wird z. B. das Chromatogramm

(Abb. 2) statt mit Ninhydrin mit Bromphenolblau entwickelt (Abb. 3), so erhält man bei allen darauf befindlichen Aminosäuren blaue Flecke. Bei dem Esterchlorhydrat (*b*) hat sich die Säurekomponente von der Base getrennt, die Salzsäure erscheint als intensiv gelber Fleck unter dem blauen Fleck der Aminokomponente. Etwas schwächere gelbe Flecke geben die organischen Säuren, die mitunter durch Desaminierung entstehen, z. B. die γ-Ketocapronsäure (siehe unter 2a und Abb. 6b).

Abb. 3. (Erläuterung siehe Abb. 2) Mit Bromphenolblau entwickelt.

Aus den vielen, von den genannten Verf. durchgeführten Versuchen[1] sind im folgenden einige charakteristische Beispiele zusammengestellt, die zum Teil noch durch weitere Chromatogramme veranschaulicht werden.

1. Katalytische Hydrierung des 5-Cyanmethylfuran-2-carbonsäureäthylesters.

a) Hydrierung in alkoholischer Lösung mit Palladium als Katalysator unter normalen Temperatur- und Druckverhältnissen.

Aufnahme: 2 Mol H_2 je Mol Ausgangsprodukt. Das Chromatogramm eines Tropfens der Hydrierlösung ergab folgenden Befund:

Mit Ninhydrin: sehr schwacher, grüner Fleck bei R_{AC}* 1,36; schwacher rotbrauner Fleck bei R_{AC} 0,44;

Mit Bromphenolblau: *zusätzlich* blauer Fleck bei R_{AC} 1,68.

Dieses Ergebnis besagt, daß bei der Hydrierung nur wenig primäres Amin, dagegen viel Sekundärprodukt (neben Ammoniumsalzen) entstand. Die Aufarbeitung der Hydrierlösung bestätigte diesen Befund: Als Hauptmenge wurden 73,5% Bis-(*ß*-[5-carbäthoxy-furyl-2]-äthyl)-amin isoliert.

b) Hydrierung in alkoholischer Lösung mit Raney-*Kobalt als Katalysator im Autoklaven* bei 150 Atm. und 120° C.

Aufnahme: 2 Mol H_2 je Mol Ausgangsprodukt. Chromatogramm (siehe Abb. 4b).
Ninhydrin: 1 starker grüner Fleck bei R_{AC} 1,36,
Bromphenolblau: 1 starker blauer Fleck bei R_{AC} 1,36.

Ergebnis: Ziemlich einheitliche Reaktion unter vorwiegender Bildung des Esters des primären Amins.

Aufarbeitung: 80% 5-Aminoäthylfuran-2-carbonsäureäthylester.

c) wie *b), jedoch in wäßeriger Lösung.*
Aufnahme: 2 Mol H_2 je Mol Ausgangsprodukt. Chromatogramm:

* R_{AC} bedeutet einen relativen Wert, nämlich das Verhältnis der Wegstrecke der betreffenden Substanz zu der Wegstrecke, welche von der unter gleichen Verhältnissen mitgewanderten ε-Aminocapronsäure zurückgelegt wurde.

Ninhydrin: 1 starker blaugrüner Fleck bei R_{AC} 0,67.

Bromphenolblau: 1 starker blauer Fleck bei R_{AC} 0,67.

Ergebnis: Einheitliche Reaktion unter Bildung der freien, primären Aminosäure (im Gegensatz zu *b*, wo der Äthylester entstand).

Aufarbeitung ergab nur 5-Aminoäthylfuran-2-carbonsäure.

d) wie b), jedoch unter verschärften Hydrierbedingungen in Gegenwart von NH_3 (180 Atm und 230° C).

Aufnahme: 6 Mol H_2 je Mol Ausgangsprodukt. Chromatogramm: (Abb. 4c).

Ninhydrin: 3 violette, 2 grüne Flecke,

Bromphenolblau: 5 blaue Flecke.

Ergebnis: Uneinheitliche Reaktion. Die 2 grünen Flecke entsprechen vermutlich einem ringhydrierten Produkt oder dem Primärprodukt (5-Aminoäthylfuran-2-carbonsäureäthylester bzw. freie Säure). Das Auftreten von violetten Flecken deutet auf Ringspaltung (Hydrogenolyse) unter Bildung von linearen Aminosäuren (wahrscheinlich Derivate der Önanthsäure).

Aufarbeitung: nicht erfolgt.

Abb. 4. *a* Testsubstanzen: 5-Aminoäthyl-Brenzschleimsäureäthylester (oben), 5-Aminoäthyl-Brenzschleimsäure (unten); *b* Hydrierlösung nach 1 b (Aufnahme 2 Mol H_2 je Mol Ausgangsprodukt); *c* Hydrierlösung nach 1 d (Aufnahme 6 Mol H_2 je Mol Ausgangsprodukt), *d* Testsubstanz: ζ-Aminoönanthsäure; *e* Testsubstanz: ζ-Aminoönanthsäureäthylester (oben), ζ-Aminoönanthsäure, spurenweise (unten). Mit Ninhydrin entwickelt.

2. Katalytische Hydrierung der ε-Nitro-γ-oxo-n-capronsäure.

a) Hydrierung in methanolischer Lösung mit Palladium - Bariumsulfat unter normalen Temperatur- und Druckverhältnissen. (Beispiel einer Hydrierung, die unter gleichzeitiger, teilweiser Desaminierung verlief.)

Aufnahme: 3 Mol H_2 je Mol Ausgangsprodukt. Chromatogramm:

Ninhydrin: 1 gelbbrauner Fleck bei R_{AC} 0,70, 1 bräunlicher Fleck bei R_{AC} 0,37 (Abb. 5b, S. 420).

Bromphenolblau: mehrere blaue Flecken. 1 gelber Fleck bei R_{AC} 1,9 (Abb. 6b, S. 420).

Ergebnis: Uneinheitliche Reaktion unter Bildung von primärem Amin (Oxoaminosäure), sekundärem Amin, Ammoniumsalzen und Desaminierungsprodukt (γ-Ketocapronsäure).

Aufarbeitung: etwa 40% ε-Amino-γ-oxo-n-capronsäure, etwa 20% Bis-(5-carboxy-3-oxo-pentyl)-amin. Kleine Mengen von γ-Ketocapronsäure.

b) wie a), mit Palladium, jedoch in wäßriger Lösung.

Aufnahme: 3 Mol H_2 je Mol Ausgangsprodukt. Chromatogramm:

Ninhydrin: 1 gelbbrauner Fleck bei R_{AC} 0,70 (Abb. 5a, S. 420).

Bromphenolblau: 1 blauer Fleck bei R_{AC} 0,70 (Abb. 6a, S. 420).

Ergebnis: Einheitlicher Verlauf unter Bildung des primären Amins (Oxoaminosäure).

Aufarbeitung: Nur primäres Amin gefaßt.

c) wie b), jedoch mit Platinoxyd statt Palladium.

Aufnahme: 4 Mol H_2 je Mol Ausgangsprodukt. Chromatogramm:
Ninhydrin: 1 starker violetter Fleck bei R_{AC} 0,73 (Abb. 5d).
Bromphenolblau: 1 starker blauer Fleck bei R_{AC} 0,73 (Abb. 6d).
Ergebnis: Einheitlicher Verlauf unter Bildung von Oxyaminosäure.
Aufarbeitung: 88,5% ε-Amino-γ-oxy-n-capronsäure.

Abb. 5.

Abb. 6.

Abb. 5. Mit Ninhydrin entwickelt. *a* Hydrierlösung nach 2*b*; *b*) Hydrierlösung nach 2*a*; *c* Test: γ-Keto-n-capronsäure; *d* Hydrierlösung nach 2*c*; *e* Test: ε-Amino-n-capronsäure.

Abb. 6. Wie Abb. 5, jedoch mit Bromphenolblau entwickelt.

NB. In saurer Lösung geht die letztere in das Lacton über, z. B. beim Eindampfen mit Salzsäure oder Oxalsäure. Dieser Übergang wird mitunter im Chromatogramm sichtbar, da beim Chromatographieren der sauren Lösungen manchmal 2 Flecke beobachtet werden können, ein violetter und ein brauner (das reine Lacton tritt mit brauner Farbe auf für derartige Ringformen offenbar charakteristisch [4]).

Es ist denkbar, daß sich in ähnlicher Weise Übergänge von der einen in die andere Form auch in Fällen von Ring-Ketten-Tautomerie[1] chromatographisch erfassen lassen.

Ausführung der Chromatogramme.

Es wurde nach der aufsteigenden Methode auf Formaten 18 × 18 cm gearbeitet, wobei sich das 2043 b-Papier von Schleicher & Schüll und das Papier No. 214 von Macherey & Nagel als geeignet erwiesen. *Lösungsmittel.* n-Butanol/Wasser/Essigsäure (4:5:1). Zur Ausbildung der *stationären Phase* wurden die Papierzylinder in üblicher Weise 12–14 Std in einem Exsiccator dem Dampf der unteren Schicht des Lösungsmittelgemisches ausgesetzt.

Die Laufzeit der *beweglichen Phase* (obere Schicht) betrug etwa 3 Std bei 20° C. *Sprühmittel:* 0,1%ige butanolische Ninhydrinlösung und 0,1%ige butanolische Bromphenolblaulösung.

Zusammenfassung.

An 2 Beispielen — der 5-Cyanmethylfuran-2-carbonsäure bzw. deren Ester und der ε-Nitro-γ-keto-n-capronsäure — wurde gezeigt, wie man bei der katalytischen Hydrierung derartiger Verbindungen zu den entsprechenden Aminosäuren mit Hilfe der Papierchromatographie einen Einblick in den Hydriervorgang gewinnen kann.

Durch Behandeln der Chromatogramme der Hydrierlösungen mit 2 verschiedenen Sprühreagenzien — mit Ninhydrin bzw. Bromphenolblau — konnten fast alle bei der Hydrierung möglichen Reaktionsprodukte (Haupt- und Nebenprodukte) erkannt werden.

Literatur.

[1] Moldenhauer, O., G. Trautmann, W. Irion, R. Pfluger, H. Döser, D. Mastaglio und H. Marwitz: Liebigs Ann. Chem. **580**, 169 (1953); **583**, 37 (1953). — [2] Geschwind, J. J., und C. H. Li: J. Amer. chem. Soc. **74**, 834 (1952); vgl. diese Z. **139**, 215 (1953); F. Cramer: Papierchromatographie. S. 62, 94. 2. Aufl., Verlag Chemie 1953. — [3] Cramer, F.: [2], S. 32. — [4] Vergl. Steward, F. C. und Thompson, J. F.: Nature (London) **169**, 739 (1952); durch Chem. Zbl. **1953**, 3548.

Dr. W. Irion, Neumünster, Virchowstr. 3.

Aus dem Institut für anorganische und analytische Chemie der Universität Graz (Vorstand: Prof. Dr. A. Musil).

Die Fällung von Kupfer mit Arsanilsäure.

Von

A. Musil und R. Pietsch.

(Eingegangen am 23. September 1953.)

Es ist allgemein bekannt, daß Arsensäure verschiedene Metalle zu fällen vermag. In größerem Maßstab wird lediglich die Fällung von Magnesium als Magnesiumammoniumarsenat mit nachherigem Verglühen zu Pyroarsenat verwendet. Doch auch die verschiedensten anderen Metalle liefern mit Arsensäure mehr oder weniger quantitative Fällungen.

Diese Eigenschaften behalten auch die organischen Arsenverbindungen, sie haben aber zusätzlich die günstigen Eigenschaften vieler anderer organischer Fällungsmittel. Infolge ihres großen Gewichtes eignen sie sich besser zu gravimetrischen Bestimmungen als die Arsensäure selbst und andererseits sind durch den organischen Rest die Fällungsbedingungen verändert, was sehr oft zur Verbesserung einer Fällung führt.

Schon vor einiger Zeit waren verschiedene Versuche unternommen worden, organische Arsenverbindungen in die analytische Chemie einzuführen. A. Rice, H. Fogg, C. James[1] verwendeten Phenylarsinsäure $C_6H_5AsO(OH)_2$ zur quantitativen Fällung und gravimetrischen Bestimmung von Zr und Th. Auch andere organische Arsinsäuren bzw. Derivate der Phenylarsinsäure können zur Zirkonbestimmung herangezogen werden, wobei die erreichte Empfindlichkeit von den organischen Resten abhängig ist[2]. Nach J. S. Knapper, K. A. Craig und G. C. Chandlee[3] ist Phenylarsinsäure in Abwesenheit von Zirkon zur Bestimmung von Zinn geeignet. Mit Alkylarsinsäuren arbeiten Arnold und Chandlee[4], die durch den aliphatischen Rest an der Arsensäure verschiedene Unannehmlichkeiten der Phenylarsinsäure ausschalten konnten.

Auch Arsanilsäure wird als ein Reagens verwendet[5], das verschiedene Übelstände der Phenylarsinsäure nicht aufweist, jedoch nur unter eng begrenzten Bedingungen bei der Trennung Zr-Sn anwendbar ist. Arsanilsäure liefert mit den verschiedensten Metallen sehr schwer lösliche Niederschläge, die teilweise als Arzneimittel in größerer Menge erzeugt werden. Dazu gehört das von F. Mameli und G. Ciuffo[6] hergestellte Hg-Salz der Arsanilsäure, das unter dem Namen Asiphyl bekannt ist. Mit Atoxyl, dem Natriumsalz der Arsanilsäure, reagieren Cu, Fe, Mg[7], ferner Ce[8] und andere[9]. Die Fällbarkeit der einzelnen Metalle ist sehr von der Acidität der Lösungen abhängig[10].

Wir beabsichtigen, die Anwendbarkeit der Arsanilsäure zur Bestimmung von Metallen systematisch zu untersuchen und berichten im folgenden zunächst über die Bestimmung des Kupfers mit Arsanilsäure.

Kupfer fällt mit Arsanilsäure bereits in der Kälte als grober amorpher Niederschlag. Die Fällung erfolgt ebenso in der Hitze, nur tritt bei längerem Kochen eine teilweise Hydrolyse unter Bildung von Kupferhydroxyd bzw. -oxyd ein. Die Fällung ist in der Kälte sofort quantitativ und der Niederschlag kann gleich weiter verarbeitet werden.

Reagens. Als Fällungsreagens ist freie Arsanilsäure nicht geeignet, da ihre Löslichkeit von etwa 90 mg in 100 ml Wasser zu gering ist. Daher wurde die Arsanilsäure mit NaOH in das in Wasser leicht lösliche Na-Salz, *Atoxyl*, übergeführt, von dem man eine 0,5 m Lösung herstellte. Da der p_H-Wert der Fällungslösung von Bedeutung ist, wurde die Arsanilsäure stets auf den gleichen p_H-Wert, nämlich auf p_H 6,8, neutralisiert. Dieser Wert ergibt sich durch Titration einer gesättigten Lösung von Arsanilsäure mit NaOH-Lösung bis zur Bildung des Mononatriumsalzes, des Atoxyls. Die Neutralisation muß stets mit frisch bereiteter Natronlauge erfolgen, da sonst Störungen eintreten. Zur laufenden p_H-Kontrolle während der Neutralisation wurde ein Macbeth-Titrations-p_H-Meter oder Mercks Spezialindicatorpapier verwendet. Die Atoxyllösung muß vollkommen farblos sein. Nach längerem Stehen wird die Lösung gelb und ist dann nur noch beschränkt verwendbar. — Als *Kupferlösung* diente eine Kupfernitratlösung, deren Gehalt durch Elektrolyse, Titration mit Thiosulfat sowie Titration mit Komplexon III-Lösung gestellt wurde. — *Waschwasser.* Der Cu-Arsanilniederschlag kann nicht mit reinem Wasser gewaschen werden, ebenso nicht mit Alkohol oder einer kalt gesättigten Lösung von Arsanil-

säure. Als Waschflüssigkeit bewährte sich eine Lösung von Atoxyl, die in 250 ml Volumen 3 ml der 0,5 m Fällungslösung enthält. Ein größerer Gehalt an Fällungslösung im Waschwasser schadet nicht, sofern der Niederschlag titrimetrisch weiterverarbeitet wird.

Fällbarkeit und Fällungsvorgang.

Kupfer wird durch Arsanilsäure in schwach saurer Lösung bei p_H 4,8 und höheren p_H-Werten quantitativ gefällt. Bei niederen p_H-Werten sinkt die Fällbarkeit rasch ab, kann jedoch in gewissen Grenzen durch eine größere Menge Fällungsreagens erzwungen werden. Für die Durchführung der Kupferfällung aus saurer Lösung wählte man p_H 5,2, das durch Zugabe eines doppelt molaren Acetatpuffers (0,8 Mole Natriumacetat + 0,2 Mole Essigsäure in 500 ml Lösung) eingestellt wurde. Bei der Fällung aus neutraler Lösung erübrigt sich die Zugabe eines Puffers. Liegt eine stark saure Lösung vor, so wird die größte Menge der Säure zuerst mit NaOH-Lösung neutralisiert. Dazu bedient man sich des Indicators Metanilgelb, der bei p_H 1,2—2,3 von violett nach gelb umschlägt. Man neutralisierte stets auf rein gelb und gab dann 2,5 ml des Puffers zu. Auf diese Weise war der p_H-Wert der Lösung immer gleich 5,2.

Der bei p_H 5.2 aus kalter Lösung anfallende Niederschlag läßt sich ohne weiteres auf Blauband, Glasfiltertiegel 1 G 4, Porzellanfiltertiegel A 2, oder nach Zugabe von etwas Filterschleim auch auf Weißbandfilter filtrieren.

Zur Durchführung der Kupferbestimmung fügt man der neutralisierten, gegebenenfalls mit etwas Filterschleim versetzten Lösung 2,5 ml Pufferlösung zu und fällt dann mit 20 ml 0,5 m Atoxyllösung von p_H 6,8 für je 50 mg zu erwartendes Kupfer tropfenweise in der Kälte. Ein Überschuß an Fällungsmittel schadet nicht. Hierauf verdünnt man zweckmäßigerweise auf etwa 200 ml, kann aber auch ohne Nachteil wesentlich stärker verdünnen. Nach dem Filtrieren wäscht man mit Waschflüssigkeit entweder durch Dekantieren oder durch gründliches Nachspülen.

Die Bestimmung des solcherart gefällten Cu-Arsanilates kann nun entweder durch Titration mit Komplexon III-Lösung nach G. Schwarzenbach oder gravimetrisch erfolgen. Wenn man in Weißbandfilter unter Verwendung von Filterschleim filtriert hat, so ist die Titrationsmethode vorzuziehen. Nach Filtrieren in einen Filtertiegel ist die gravimetrische Methode besser geeignet. Die Titration des im Filtertiegel gesammelten Niederschlages ist infolge auftretender Schwierigkeiten nicht zweckmäßig.

a) *Titrationsmethode.*

Man gibt das Filter mit Filterschleim und Niederschlag in ein Becherglas und überführt das Kupfer mit 30 Tropfen Ammoniak (1 : 3) in den Ammoniakkomplex. Hierauf wird auf etwa 100 ml verdünnt und unter

Zugabe der Murexid-Natriumchloridmischung (1 : 200) mit Komplexon III-Lösung titriert. Der Farbumschlag erfolgt von gelbgrün nach violett.

Falls die Fällungen aus stark saurer Lösung nach Neutralisation durchgeführt wurden, ist der Umschlag manchmal nicht scharf bzw. er stellt sich erst langsam ein. In diesem Falle setzt man eine bestimmte überschüssige Menge Komplexon III-Lösung zu und titriert den zur Fällung nicht verbrauchten Rest mit Kupferlösung zurück. Zu beachten ist, daß Fällen, Filtrieren, Auswaschen und Titrieren rasch nacheinander erfolgen müssen. Bei Verzögerungen, besonders wenn die mit Ammoniak versetzte Lösung vor der Titration einige Zeit steht, tritt der Umschlag nicht mehr scharf ein oder die Umschlagsfarbe ist nicht mehr scharf zu erkennen. Aus diesem Grunde ist auch das Herauslösen des Niederschlages aus einem Glasfiltertiegel nicht zu empfehlen, weil dies zu lange Zeit in Anspruch nimmt.

Nachstehende Tab. 1 enthält die Ergebnisse einiger nach der Arbeitsvorschrift durchgeführter Analysen:

Tabelle 1.

	mg Cu gegeben	mg Cu gefunden	Differenz mg	Fehler %
HCl-saure Lösung . . .	29,4	29,4	0,0	±0,0
	36,7	36,7	0,0	±0,0
	51,4	51,3	—0,1	—0,2
	66,1	66,0	—0,1	—0,2
H_2SO_4-Lösung	33,0	33,0	0,0	±0,0
	51,4	51,1	—0,3	—0,6
HNO_3-Lösung	47,6	47,4	—0,2	—0,5

Aus salzsaurer Lösung werden, wie man sieht, tadellose Werte erhalten. Dies gilt auch für Bestimmungen aus neutraler Lösung. Bei den aus schwefelsaurer oder salpetersaurer Lösung gefällten Niederschlägen ergeben sich dagegen größere Streuungen.

b) Gravimetrische Methode.

Die gravimetrische Bestimmungsmethode ist der titrimetrischen insofern unterlegen, als sie nur bei Fällung aus neutraler Lösung anwendbar ist. In diesem Falle sind die Resultate genau. Bei der Fällung aus saurer Lösung treten dagegen starke Streuungen auf, an deren Aufklärung und Beseitigung noch gearbeitet wird.

Bei dem zur Wägung kommenden Niederschlag handelt es sich um ein basisches Kupferarsanilat (auch andere Metalle geben unter ähnlichen Umständen basische Arsanilate)[11]. Für je ein Atom Kupfer liegt im Niederschlag ein Arsanilsäurerest vor, der ähnlich wie bei Atoxyl noch einbasisch sauer ist; die zweite Valenz des Kupfers ist vermutlich durch

eine Hydroxylgruppe besetzt. Diese aus Trocknungskurven geschlossene Zusammensetzung wird durch die Bestimmung des NH_2-Gehaltes in der vorliegenden Verbindung bestätigt. Gefunden wurden 5,5% NH_2, während nach der vermutlichen Formel, über die in einer späteren Arbeit berichtet werden wird, 5,4% NH_2 theoretisch gefordert werden. Die Trocknungskurven zeigen, daß die Verbindung um 150° C beständig ist. Bei einer längeren Erhitzung über 180° C hinaus tritt Zersetzung ein.

Der Niederschlag wird also bei 150° C bis zum konstanten Gewicht getrocknet. Die dazu notwendigen Trocknungszeiten nehmen mit zunehmendem Fällungsgewicht zu. Die Auswaage, mit dem sich aus der theoretischen Formel ergebenden Faktor 0,2143 multipliziert, ergibt das Gewicht des gefällten Kupfers.

Die nachstehende Tab. 2 enthält eine Auswahl der nach dieser Methode bei Fällung aus neutraler Lösung erhaltenen Resultate.

Tabelle 2.

mg Cu gegeben	mg Cu gefunden	Differenz mg	Fehler %
27,2	27,1	—0,1	—0,3
27,2	27,2	0,0	±0,0
34,0	34,0	0,0	±0,0
34,0	33,8	—0,2	—0,5
54,3	54,4	+0,1	+0,2
63,0	62,8	—0,2	—0,3
63,0	62,7	—0,3	—0,5
81,5	81,2	—0,3	—0,3
81,5	81,1	—0,4	—0,5

Wie sich aus Tab. 2 ergibt, sind die Werte nicht so konstant wie bei dem Titrationsverfahren. Durch Mittelung aus mehreren Werten ergeben sich jedoch recht brauchbare Werte, die um etwa 0,4% vom theoretischen Wert abweichen. Die Reinigung der Tiegel erfolgt, nach vorheriger Entfernung des größten Teiles des Niederschlages von Hand aus, durch Auskochen in verdünntem Ammoniak und verdünnter Säure. Nach guten Auswässern sind die Glasfiltertiegel sehr rasch wieder trocken.

Zusammenfassung.

Es wird ein Fällungsverfahren des Kupfers mit Arsanilsäure beschrieben, wobei die Endbestimmung titrimetrisch oder gravimetrisch erfolgen kann. Weitere Untersuchungen über die Bestimmung von Kupfer und anderen Metallen mit Arsanilsäure befinden sich in Arbeit.

Literatur.

[1] Rice, A., H. Fogg u. C. James: J. Amer. chem. Soc. 48, 895 (1926); vgl. diese Z. 73, 431 (1928). — [2] Feigl, F.: Chemistry of specific, selective and sensitive Reactions, S. 291. New York 1949. — [3] Knapper, J. S., K. A. Craig u. G. C. Chand-

LEE: J. Amer. chem. Soc. **55**, 3945 (1933); vgl. diese Z. **116**, 59, 130 (1939). — [1] Arnold, F. W., u. G. C. Chandlee: J. Amer. chem. Soc. **57**, 8 (1935); vgl. diese Z. **117**,253 (1939). — [5] Chandelle, R.: Bull. Soc. chim. Belgique **48**, 12 (1939), durch Chem. Zbl. **1939, II**, 2124. — [6] Mameli, F., u. G. Ciuffo: Giorn. Farmac. Chim. Sci. affini **58**, 12; Chim. Med. Ital. **1909**, 339; durch Chem. Zbl. **1908, II**, 1891; **1909, I** 1034; **1909, II**, 1817. — [7] Monferrino, A.: Chem. Zbl. **1908, II**, 1897; siehe auch diese Z. **50**, 317 (1911). — [8] Miller, J. F.: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **9**, 181 (1937); durch Chem. Zbl. **1938, I**, 380. — [9] Portnov, A.: J. gen. Chem. **18**, 494 (1948); durch C. A. **1949**, 57b. — [10] Chandelle, R.: Bull. Soc. chim. Belgique **50**, 185 (1941); durch Chem. Zbl. **1942, I**, 1166. — [11] Young, P. S., u. C. P. Lo: J. Chin. chem. Soc. **4**, 477 (1936); durch Chem. Zbl. **1937, I**, 3318.

Prof. Dr. A. Musil, Graz, Universitätsplatz 1.

Aus dem analytischen Laboratorium der Arzneimittelfabrik „LEK“ und dem Institut für organische Chemie der Technischen Hochschule Ljubljana, Jugoslavien.

Eine photometrische Methode zur Bestimmung von Anaesthesin und einiger aromatischer Amine an Hand der Lauth'schen Reaktion.

Von

J. Kolšek.

Mit 1 Textabbildung.

(Eingegangen am 14. September 1953.)

Primäre, sekundäre und tertiäre aromatische Amine geben mit verdünnter Essigsäure und Bleidioxyd charakteristische Farbreaktionen, die mitunter je nach dem Lösungsmittel (Wasser, Alkohol) verschieden sind. Diese von Lauth schon längst entdeckten Reaktionen[1] wurden bis jetzt als qualitativer Test auf aromatische Amine herangezogen. Die unten beschriebenen Versuche zeigen, daß die Reaktionen unter gewissen Bedingungen auch zur quantitativen photometrischen Bestimmung einiger Amine herangezogen werden können. Man kann aber keine allgemein gültige Arbeitsvorschrift für die Ausführung der Bestimmungen geben, da die Bedingungen von Fall zu Fall verschieden sind. Bei allen bis jetzt behandelten Aminen konnte man feststellen, daß die Farbintensität von der Zeit abhängig ist und in den meisten Fällen mit fortschreitender Zeit abnimmt. Da die Änderung der Farbintensität jedoch nicht groß ist, kann die Messung schon nach relativ kurzer Zeit ohne größeren Fehler durchgeführt werden. Bei den Versuchen wurde ausschließlich Wasser als Lösungsmittel benutzt. Die Intensität der gebildeten Farbe scheint von der Menge des zugesetzten Bleidioxyds und der Konzentration der Essigsäure unabhängig zu sein.

Anaesthesin gibt in essigsaurer Lösung mit PbO_2 einen rotgefärbten Komplex, der zum Unterschied vom Verhalten anderer Amine in Äther mit orangeroter Farbe löslich ist. Dadurch besteht die Möglichkeit, die gefärbte Verbindung vermittels einer Ätherextraktion aus dem Reaktionsgemisch zu entfernen und mit dem Extrakt die photometrische Bestimmung durchzuführen. Zur Erzielung genauer Resultate sind gewiße Bedingungen (Zeit, Volumina der Probelösung und des Extraktionsmittels) streng einzuhalten.

Arbeitsvorschrift.

Das Anaesthesin wird in verdünnter (10%iger) Essigsäure gelöst. Ein aliquoter Teil der Lösung (einem Gehalt von 0,25—1 mg Anaesthesin entsprechend) wird in einen Scheidetrichter abpipettiert und mit Wasser auf 5 ml gebracht. Darauf wird eine Messerspitze Bleidioxyd zugegeben und die Lösung 3 min lang geschüttelt. Die entstandene rotgefärbte Verbindung wird nach Zusatz von 10 ml Äther ausgeschüttelt, die ätherische Schicht abgetrennt, durch Filtration von schwebenden PbO_2-Teilchen befreit und 10 min nach Zusatz des Oxydanses zur Messung gebracht. (Die Messungen wurden mit dem Photometer Zeiss-Elko II und Farbfilter S 38 in 1 cm-Küvetten durchgeführt.)

Wie aus Abb. 1 ersichtlich ist, wird bei der Reaktion das Beersche Gesetz völlig erfüllt.

Die Bestimmung von Anaesthesin kann ebenso erfolgreich in wäßriger Phase durchgeführt werden. Zu einer essigsauren Lösung von Anaesthesin wird PbO_2 zugesetzt, nach Entwicklung der Farbe wird das Bleidioxyd

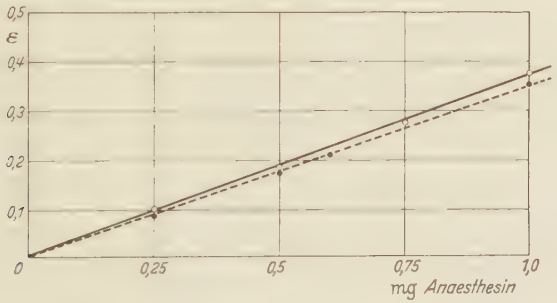


Abb. 1. Eichkurve für Anaesthesin.
—— Bestimmung nach Extraktion mit Äther. ---- Bestimmung in wäßriger Phase.

abfiltriert und die gefärbte Lösung zur Messung gebracht. Die Intensität der Farbe nimmt nach Zusatz des Bleidioxydes allmählich zu, jedoch kann die Bestimmung schon nach 5 min ohne größere Fehler erfolgen. Diese Methode bietet gegenüber der vorherigen einige Vorteile, vor allem liefert sie bei einer einfacheren Ausführung genauere Resultate. Bei den photometrischen Messungen wurde das Filter S 38 verwendet.

Bei der Ausführung der Bestimmung ging man wie folgt vor: Ein aliquoter Teil der essigsauren Lösung des Amins wurde in ein 10 ml-Meßkölbchen pipettiert. Man

verdünnte mit einigen ml Wasser, setzte eine Messerspitze PbO_2 zu, füllte nach Umschwenken des Kölbchens mit Wasser zur Marke auf, entfernte das Bleidioxyd durch Filtration und führte die Messung 5 min nach Zusatz von PbO_2 durch.

Das Beersche Gesetz behält auch in diesem Falle seine volle Gültigkeit.

Auf die gleiche Art wurde die Lauthsche Reaktion noch an folgenden Aminen geprüft: *Diphenylamin*, *α-Naphthylamin*, *p-Toluidin*, *Benzidin*, *Phenylendiamin* und *o-Tolidin*. Bei den Nitroaminen (o-, m-, p-Nitranilin, 2,4-Dinitranilin, Hexanitrodiphenylamin) scheint die Reaktion zu versagen. Wie schon oben erwähnt, sind die gefärbten Komplexe dieser Amine in Äther unlöslich, darum wurde die photometrische Bestimmung in wäßriger Phase durchgeführt. Dabei wurden folgende Resultate verzeichnet: *Diphenylamin* gibt mit PbO_2 und Essigsäure eine rotviolette Farbe. Die Intensität nimmt mit der Zeit etwas ab, die Messungen wurden 5 min nach dem PbO_2-Zusatz mit dem Farbfilter S 53 durchgeführt. *α-Naphthylamin* gibt unter denselben Bedingungen eine intensive blaue Farbe, die sowohl im violetten bzw. ultravioletten als auch im roten Spektralbereich ein starkes Absorptionsvermögen aufweist. Da die Absorptionsmaxima schon außerhalb der zugänglichen Wellenlängen liegen, wurde für die Messungen das Farbfilter S 47 herangezogen, da in diesem Wellenbereich der Kurvenverlauf ein waagerechter ist. Die Intensität der Farbe nimmt mit der Zeit etwas ab, sie wurde 5 min nach dem PbO_2-Zusatz gemessen. *p-Toluidin* gibt mit PbO_2 in Essigsäure eine braunrote Farbe mit dem Absorptionsmaximum im Ultraviolett. Bei den photometrischen Messungen wurde das Filter S 38 benützt. Die Farbintensität nimmt zuerst etwas zu, erreicht aber schon nach 10—15 min ihr Maximum. *Benzidin* gibt mit PbO_2 und Essigsäure eine prächtige, intensiv smaragdgrüne Farbe. Die Absorptionskurve besitzt im violetten Wellenbereich ein scharfes Maximum. Deswegen hat sich für photometrische Bestimmungen das Filter S 42 als günstig erwiesen. Die Farbintensität nimmt mit der Zeit etwas ab, jedoch kann die Messung schon 10 min nach dem PbO_2-Zusatz durchgeführt werden. Beim *p-Phenylendiamin* entsteht nach PbO_2-Zusatz zuerst eine olivgrüne Farbe, die sehr bald nach Violett umschlägt und ein Absorptionsmaximum im ultravioletten Spektralbereich zeigt. Die Intensität der Farbe nimmt mit der Zeit etwas ab, jedoch können die Messungen schon nach 10 min erfolgen.

Bei allen genannten Aminen konnte vollkommene Gültigkeit des Beerschen Gesetzes festgestellt werden. Beim p-Phenylendiamin machte sich in größeren Konzentrationen zwar ein geringes Abweichen von diesem Gesetz bemerkbar, bei kleineren Konzentrationen behält jedoch das Gesetz seine Gültigkeit annähernd bei. Daraus darf man schließen, daß bei der Lauthschen Reaktion die Bildung gefärbter Verbindungen gewissen stöchiometrischen Gesetzen folgt, die die Anwendung der Reaktion für

quantitative Bestimmungen ermöglichen. Die Unbeständigkeit der Farben ist zwar für quantitative Bestimmungen vom großen Nachteil, durch Aufsuchen der optimalen Bedingungen können jedoch die Störungen weitgehend ausgeschlossen und somit gute Resultate erzielt werden.

Literatur.

[1] Lauth: C. R. Acad. sci. (Paris) **111**, 975 (1890).

Dipl.-Ing. J. Kolšek, Ljubljana, Vegova 4, Jugoslavien.

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie.

I. Allgemeine analytische Methoden, analytische Operationen, Apparate und Reagenzien.

Massenspektrometrie. Von K. K. Jensen, W. E. Bell und F. E. Blacet[1] wird ein Aufzeichnungssystem für das Westinghouse-Massenspektrometer Typ LV beschrieben. Die Ionenströme werden mit einem Vibrationselektrometer gemessen und mit einem elektronischen Schreiber (im Aufbau wie Philips-Schreiber) mit 28 cm Streifenbreite aufgezeichnet. Umschaltmöglichkeiten für 1, 10, 100 und 1000 mV-Vollausschlag sind vorgesehen. Die Magnetstromänderung zwischen 100 und 7 mAmp wird durch eine elektronisch-mechanische Regelung erreicht. Das Schaltbild ist angegeben.

Die Analyse flüssiger Kohlenwasserstoffgemische mit Hilfe der Massenspektrometrie bei Anwendung der Matrizenrechnung und einer IBM-Rechenmaschine beschreibt H. Sobcov[2]. Mit einem Consolidated-Massenspektrometer Typ 21-103 gemessen, blieb der Butanbezugswert (43/58-Verhältnis) auf $\pm 0{,}5\%$ konstant. Die IBM-Ausrüstung benutzte die 602A-Rechenschablone. Zur Aufstellung der vier Matrizen im Siedebereich von 28—79°; 67—96°; 80—108° und 94—112,5° C (Isopentan bis Toluol) dienten 4 Leichtölfraktionen von 43—66°; 66—88°; 88—100°; 100—110° C, die mit einer 8 mm-Podbielniak-Kolonne gewonnen waren. Die Matrizen erfassen jeweils 9, 11, 13 und 11 Bestandteile. Eine Matrize 12. Ordnung kann in etwa 3 Std ausgerechnet werden, wenn die Eichmatrize vorliegt.

Um die ^{15}N-Konzentration bei der massenspektrometrischen Isotopenanalyse aus dem Verhältnis $R = (I^{28})/(I^{29})$ schnell ablesen zu können, geben L. D. Abbott jr. und Mary J. Dodson[3] eine Zahlentafel an. Der Tafel liegt die Beziehung Atom% $^{15}N = \frac{100}{2R+1}$ zugrunde. Es bedeuten I^{28} den Ionenstrom bei Masse 28 und I^{29} den Ionenstrom bei Masse 29.

[1] Analyt. Chemistry **24**, 1614 (1952). Univ. of California, Los Angeles, Calif. (USA).

[2] Analyt Chemistry **24**, 1386 (1952). Socony-Vacuum Oil Co., Inc., Paulsboro, N. J. (USA).

[3] Analyt. Chemistry **24**, 1860 (1952). Medical Coll. of Virginia, Richmond, Va. (USA).

P. D. Zemany[1] beschreibt die *Identifizierung von hochpolymeren Stoffen (Pepsin, Albumin, Silicongummi usw.) durch massenspektrometrische Analyse* der durch thermische Zersetzung aus dem Ausgangsmaterial entstandenen Produkte. Einige Zehntelmilligramme Substanz werden in einen Wolframwendel, wie er in Fernsehröhren verwendet wird, eingebracht. Das System, das sich in einer kleinen Glasschliffapparatur befindet, wird im Vakuum, unter Kühlung mit flüssigem Stickstoff, ganz schnell auf über 1700° C erhitzt (durch Heizung mit 100% Überspannung). Das entwickelte Gas wird analysiert und abgepumpt. Das Pyrolysegefäß wird dann auf Raumtemperatur erwärmt und das entwickelte Gas erneut analysiert. Zuweilen empfiehlt sich die Abnahme einer Fraktion bei — 80°. Die Auswertung der Analyse geschieht mit Lochkarten. J. Rasch.

Neutronenaktivierungsanalyse. J. E. Hudgens und L. C. Nelson[2] berichten über die *Bestimmung kleiner Mengen Indium.* Durch Neutroneneinfangprozeß werden aus den Isotopen ^{113}In und ^{115}In Radioisotope von ^{114}In (T = 50 d) und von ^{116}In (T = 54 m) gebildet. Besonders der große Neutronenwirkungsdurchschnitt des ^{114}In, für langsame Neutronen (145 barns), macht dieses zum Nachweis des Elements sehr geeignet. Es wurde nun durch Extraktion ein analytischer Weg gefunden, das Radioindium schnell und quantitativ von den Elementen Al, Ga und Tl abzutrennen. Die Extraktion wurde mittels Isopropyläther aus saurer HBr-Lösung durchgeführt. Sie ist über ein weites Konzentrationsgebiet der Bromwasserstoffsäure nahezu quantitativ, die Einstellung der Säure ist nicht kritisch. Auch die Trennung des In von Tl gelang auf gleiche Weise. Bei Verwendung einer 0,2—5 g Ra-Be-Neutronenquelle lassen sich von 10 g Substanz noch 10^{-5} Teile In je Teil Probe nachweisen. Für die Untersuchung wurden Eichproben Al_2O_3 oder $Al_2(SO_4)_3$ mit bekanntem In-Gehalt hergestellt und diese mit der Ra-Be-Quelle oder auch zur Erzeugung der langlebigen In-Aktivität im Pile bestrahlt. Es gelang unter den letzten Bedingungen, $3 \cdot 10^{-8}$ g In sicher nachzuweisen. Bei längerer Pile-Aktivierung (bis zur Sättigung) würden 10^{-11} g In noch bestimmbar sein. Die Kontrolle der Analyse, insbesondere die Prüfung auf Reinheit des Radio-Indiums wird durch Absorptionsmessung seiner Strahlung und Bestimmung der Halbwertszeit durchgeführt.

Die Bestimmung von sehr kleinen Mengen Uran in Gesteinen und Mineralien durch Neutronenaktivierung beschreibt A. A. Smales[3]. Verf. verwendet die bekannte Kernreaktion der Spaltung des ^{235}U, wenn dieses ein langsames Neutron einfängt, dazu, um kleinste Mengen Uran in Gesteinen und Mineralien nachzuweisen. — Bei der U-Spaltung entsteht unter anderen Produkten auch Radio-Ba (^{140}Ba), welches sich als Bezugselement, zufolge seiner leichten Abtrennbarkeit und seiner hohen Spaltausbeute von ~6% für die Analyse sehr eignet. Die jeweilige Menge ^{140}Ba ist der U-Menge, wenn deren Isotopenverhältnis U 235:U 238 konstant angenommen werden kann, stets proportional. Gesteinsproben von weniger als 0,5 g sind für diese Aktivierungsanalyse notwendig und es können noch U-Gehalte von 0,0003% bestimmt werden. Die Halbwertszeit von ^{140}Ba beträgt 12,8 d (mit einem β-Strahl-Energiemaximum von 1,0 MeV). Die Tochtersubstanz ist ^{140}La (mit T = 40 h, β = 2,1 MeV). Die Bestrahlungszeit im pile (10^{12} Neutronen cm^2/sec) variiert je nach den U-Mengen zwischen einigen Tagen und einigen Stunden. Nach-

[1] Analyt. Chemistry **24**, 1709 (1952). General Electric Res. Lab., Schenectady, N. Y. (USA).

[2] Analyt. Chemistry **24**, 1472 (1952). US. Atomic Energy Comm., New Brunswick, N. J. (USA).

[3] Analyst (London) **77**, 778 (1952). Atomic Energy Res. Establ., Harwell, Didcot, Berks. (England).

dem die kurzlebige Aktivität abgefallen ist, wird die Probe aufgeschlossen (Na_2O_2- oder KOH-Schmelze) und sodann das Ba mit einigen mg Träger als $BaSO_4$ gefällt. Te- und Erdaktivitäten werden sorgfältig entfernt. Die Reproduzierbarkeit wurde an gleich bestrahlten Proben U_3O_8 gemessen. Die Bestimmung kann durch Th, welches eine ähnliche Spaltungsreaktion mit schnellen Neutronen eingeht, gestört werden. Die Kalkulation ist hier schwierig. Deshalb wurden Th-reiche Proben neben einem bekannten U-Standard auch gleichzeitig neben einem Th-Standard bestrahlt. — Ein Vorteil der Methode besteht darin, daß sie weitgehend frei von einer Störung durch andere Elemente ist, und daß die Analyse an sehr kleinen Gesteinsproben durchfuhrbar ist (etwa zur Altersbestimmung nach der U-Methode). Immerhin dürfte die Methode nach Meinung des Referenten nicht geeignet sein, die bekannte U-Fluorescenzmethode in ihrem Anwendungsbereich wesentlich einzuschränken. W. Herr.

Bestimmung eines Radioisotops in Gegenwart seiner radioaktiven Tochtersubstanz. Für den Fall, daß ein Radioisotop radioaktive Tochtersubstanzen besitzt und man nach einer chemischen Trennung die unter Umständen schwierige Frage zu beantworten hat, welcher Anteil der gemessenen Aktivität einer Fraktion zu jedem einzelnen Isotop gehört, hat H. W. Kirby[1] aus der Theorie der Zerfallsgesetze eine Formel abgeleitet, die es gestattet, diese Frage zu lösen, selbst wenn die Strahlungen der zu messenden Radioisotope in bezug auf Art und Energie sehr ähnlich sind. Verf. findet eine Gleichung, welche das Verhältnis der Aktivitäten angibt, die nach einer analytischen Operation vorliegen, wenn aliquote Mengen zur praktisch gleichen Zeit gemessen werden. Die Gleichung ist nur für den Fall anwendbar, daß die radioaktive Atomart eine Tochtersubstanz hat, die ihrerseits in ein stabiles Isotop übergeht. Für längere radioaktive Zerfallsketten muß die Gleichung entsprechend erweitert werden. W. Herr.

Ein Verfahren zur Erzielung hoher Auflösung bei der Röntgenstrahlen-Fluorescenzanalyse beschreibt R. M. Brissey[2]. Obwohl bekanntlich das Röntgenspektrum viel einfacher ist als das optische Spektrum, gibt es doch Fälle sehr ähnlicher Wellenlängen der charakteristischen Strahlung für mehrere Elemente, die für die Analyse in solchen Fällen zu Schwierigkeiten führen, so z. B. bei Systemen, die Hafnium-Zirkonium oder Niob-Tantal enthalten. Zu ihrer Überwindung wurden von L. S. Birks und E. J. Brooks[3] 3 Methoden vorgeschlagen. Brissey fand nun eine andere Methode, die die Röntgenstrahlenanalyse viel einfacher und handlicher macht. Die Methode besteht darin, daß man die Intensität der charakteristischen Linien nur an einem Punkt, und zwar im Winkel größter Intensität mißt. Die Linien der $L\alpha_2$-Strahlung hatten folgende Wellenlängen: Tantal 1,51885 Å, Wolfram 1,4733 Å, der $K\alpha_1$- und $K\alpha_2$-Linien von Niob 0,74465 und 0,74889 Å. Die Linien der interferierenden Kα-Strahlung 2. Ordnung für Niob sind: 1,48930 und 1,49778. Der Wert für d der 331-Ebene des gebogenen Glimmer-Streukristalls im Fluorescenzanalysator ist 1,500 Å. Die Winkel größter Intensität sind: für W $L\alpha_1$ 58,8°, Ta $L\alpha_1$ 60,8° Nb $K\alpha_1$ 59,5°, Nb $K\alpha_2$ 59,9° 2. Ordnung. Es wurde so mit dem G.E. X-Strahlen-Fluorescenzanalysator eine hervorragende Auflösung und Abtrennung der störenden Strahlung 2. Ordnung erzielt unter großer Vereinfachung des Meßvorganges bei der Analyse von 9 synthetischen Proben, die Molybdän, Niob, Tantal und Wolfram enthielten. Die relativ kleinen vom Verf. bestimmten Ta- und W-

[1] Analyt. Chemistry **24**, 1678 (1952). Mound Lab., Miamisburg, Ohio (USA).
[2] Analyt. Chemistry **24**, 1034 (1952). Thomson Lab. General Electric Co., Lynn, Mass. (USA).
[3] Analyt. Chemistry **22**, 1017 (1950); vgl. diese Z. **132**, 367 (1951); **135**, 435 (1952).

Konzentrationen in der Mischung (höchstens 2%) zeigen, wie aus einer beigegebenen Tabelle hervorgeht, trotz wechselnden Nb-Gehaltes nur Schwankungen um einen Mittelwert von 10% und weniger. J. Eisenbrand.

Säulenchromatographie. G. Kegeles und H. A. Sober[1] haben ein Verfahren ausgearbeitet, nach dem ein bei der *chromatographischen Trennung* abtropfendes Eluat laufend *interferometrisch oder refraktometrisch* untersucht und das Ergebnis laufend registriert werden kann. Das Verfahren stellt eine Kombination dar von der für die Bestimmung der Refraktion nach A. Tiselius und S. Claesson[2] gegebenen automatischen Registrierung von S. Claesson[3] mit der präziseren interferometrischen Analyse nach Rayleigh. Das eine 25 mm-Meßzelle durchlaufende Eluat wird mit monochromatischem Licht (grüne Hg-Linie) durchstrahlt und über eine Schlierenoptik analysiert, wobei je nach Wunsch entweder ein interferometrisches Diagramm oder Änderungen der Refraktion mit der Zeit oder auch deren Gradient über die Zeit photographisch registriert werden können, während der Flüssigkeitsstrom durch eine gesonderte Lichtquelle gleichzeitig und synchron markiert wird. Somit kann nicht allein qualitativ und mit Hilfe von Standardflüssigkeiten quantitativ analysiert werden, es können auch Retentionsvolumina genau ermittelt werden. Die automatische Registrierung der Interferenzbilder ermöglicht ferner, Änderungen der Eluatzusammensetzungen auch bei sehr langsam strömendem Elutionsmittel über sehr lange Zeiten zu verfolgen, d. h. unter Bedingungen, bei denen die Einstellung der Adsorptionsgleichgewichte weitgehend sichergestellt ist. Der Bau der Meßanordnung ist ausführlich beschrieben.
K. Cruse.

Einen Bericht über die Anwendungsgebiete der Chromatographie anorganischer Ionen geben G. Bouissières und M. Lederer[4]. Beschrieben wird die Anwendung in der qualitativen und quantitativen Analyse anorganischer Substanzen, auf die Möglichkeiten von präparativen Trennungen im Grammaßstab wird hingewiesen. Besonders berücksichtigt werden weiterhin die Anwendungen in der Radiochemie; Methoden für die Trennung und Darstellung reiner, trägerfreier Radioelemente werden kurz mitgeteilt. (28 Literaturhinweise.) F. Weigel.

Metall-Ionen lassen sich nach L. B. Hilliard und H. Freiser[5] vorzüglich *chromatographisch an Kieselsäure trennen*, wenn ihre *8-Oxychinolinate* in Chloroform gelöst auf die Säule aufgebracht werden und mit alkoholhaltigem Chloroform entwickelt wird. — Kieselsäure (Mallinckrodt Nr. 2847) wird 2 Std auf 300° C erhitzt, dann werden 8—10 g in Chloroform aufgeschlämmt und in 50 ml-Büretten eingefüllt. Man läßt die Säule absitzen, so daß sie bei einem Überdruck von 500 mm Hg 0,5 ml je Minute durchläßt. Zur Herstellung der Chinolinatlösung wird 1 g Seignettesalz in der etwa 10 mg Metall-Ion enthaltenden Lösung gelöst und dann mit 0,1 n Natronlauge auf p_H 5 bei der Analyse von Cu^{II}, Ni^{II}, Co^{II}, Fe^{III}, Al^{III}, Ga^{III} und In^{III} bzw. auf p_H 10 bei der Analyse von Pb^{II} und Bi^{III} eingestellt. Mit Portionen von je 10 ml 1%iger Oxinlösung in Chloroform wird dann vollständig extrahiert. Die Extrakte werden mit 2 g Natriumsulfat getrocknet. Die Oxinlösung selbst wird stets frisch bereitet und zuvor durch eine Säule geschickt. — Überschüssiges Oxin durchwandert die Säule schnell mit reinem Chloroform als hellorange gefärbte Zone. Mit

[1] Analyt. Chemistry **24**, 654 (1952). Nat. Cancer Inst., Publ. Health Serv., Bethesda, Md. (USA).
[2] Arkiv. Kemi Mineral. Geol. **15** B, Nr. 18 (1942).
[3] Arkiv. Kemi Mineral. Geol. **23** A, Nr. 1 (1946).
[4] Bull. Soc. chim. France **1952**, 904.
[5] Analyt. Chemistry **24**, 752 (1952). Univ. Pittsburgh, Pittsburgh, Pa. (USA).

Chloroform, dem 1% Äthylalkohol zugesetzt ist, folgt die scharf ausgebildete dunkelgrüne Kupferzone. Nickel erscheint als lichtgrüne Zone. Aluminium schwarzgrün. Eisenoxychinolinat tritt in zwei Zonen auf, von denen eine grünschwarze leichteluierbar ist, die andere dunkelrote aber nicht. Auch bei Kobalt tritt zuweilen Teilung in zwei Zonen auf (rotbraun und gelb), beide sind jedoch durch Erhöhen des Alkoholgehalts auf 4% eluierbar, wobei die rotbraune sich als die schnellere erweist. Bi und Pb bilden recht diffuse Zonen. Die Eluierbarkeit sinkt in der Reihenfolge Cu, Co, Fe, Al, Bi, Ni und Pb. Aus einem Gemisch von Cu, Ni und Co (je 0,12 mg) konnten die Metalle mit dem 1%igen Gemisch ohne weiteres getrennt werden und wurden spektrophotometrisch auf ± 0,02 mg genau wiedergefunden.

Eine Vorschrift zur schnellen *chromatographischen Trennung und Isolierung von 2,3-Dinitrophenylderivaten (DNP-) von Aminosäuren*, die zur Bestimmung freier Aminogruppen in Proteinen von Interesse ist, haben F. Charlotte Green und L. M. Kay[1] ausgearbeitet und an 16 (ätherlöslichen) Säuren geprüft. — Die Trennung wird an 150 mm langen, 9–14 mm breiten *Säulen aus Kieselsäure* (Merck

Tabelle 1.

	In Aceton-Ligroin mit Eisessig	in Äthylacetat-Ligroin mit Eisessig	in Benzol mit Eisessig
Gruppe I	Di-DNP-Cystin	Di-DNP-Cystin	Di-DNP-Cystin
	DNP-Serin	DNP-Serin	DNP-Serin
	DNP-Asparaginsäure	Di-DNP-Lysin	DNP-Threonin
	Di-DNP-Lysin	DNP-Threonin	DNP-Asparaginsäure
	DNP-Threonin	DNP-Asparaginsäure	DNP-Glutaminsäure
	Di-DNP-Tyrosin	Di-DNP-Tyrosin	Di-DNP-Lysin
	DNP-Glutaminsäure	DNP-Glutaminsäure	Di-DNP-Tyrosin
Gruppe II	DNP-Tryptophan	DNP-Glycin	
	DNP-Glycin	DNP-Tryptophan	
Gruppe III	DNP-Prolin		
	DNP-Alanin		
	Dinitroanilin		
	DNP-Methionin	Die Reihenfolge in Gruppe III und in	
	DNP-Phenylalanin	Gruppe IV ist für sämtliche Entwickler	
		die gleiche.	
Gruppe IV	DNP-Valin		
	DNP-Isoleucin		
	DNP-Leucin		
	Dinitrophenol		

Nr. 40446) vorgenommen, die mit 0,5 Gewichtsteilen *Celite 545* (Johns Manville Co.) vermischt ist. Die Säulen werden durch Ansaugen mit der Wasserstrahlpumpe gefüllt und dann vorgewaschen: zuerst mit 0,2 V ml Äther[2], anschließend mit V ml

[1] Analyt. Chemistry **24**, 726 (1952). California Inst. Technol., Pasadena, Calif.

[2] V bedeutet das zur völligen Befeuchtung der Säule erforderliche Lösungsmittelvolumen.

Aceton-Äther-Gemisch 1:1, wiederum mit Äther (0,8 V ml), schließlich mit V ml Ligroin und dann mit V ml des Entwicklers. Bevor die Oberfläche trocken läuft wird die Probe (0,1—0,5 mg Substanz) mit 1—3 ml Entwickler (meist Ligroin mit 10 bis 20% Aceton) aufgegeben. Die Stärke des Entwicklers wird derart bemessen, daß 5—7 V ml die schnellste Zone in das unterste Drittel der Säule wandern lassen. Dann wird die Entwicklung abgebrochen und R_f ermittelt, oder es wird vollständig eluiert und getrennt aufgefangen. Die Menge der Dinitrophenylderivate macht sich in der Farbintensität, kaum in der Zonenlänge bemerkbar. Wasser hindert die Eluierbarkeit erheblich. Als Entwickler werden Aceton-Ligroin, Äthylacetat-Ligroin, Aceton-Cyclohexan in wechselnden Mengenverhältnissen oder Benzol angewendet. Bei sämtlichen Entwicklern wird durch Zusatz von Ameisensäure und vor allem von Eisessig (bis zu 10%) erreicht, daß die Derivate die Säule in kompakter Zone durchwandern. Die Eluierbarkeit steigt in folgender Reihenfolge (siehe Tab. 1, S. 433).

Die Fülle der Variationsmöglichkeiten in der Wahl der Entwickler und die gute Reproduzierbarkeit erlauben es, die Identifizierung der Derivate an Parallelversuchen mit bekannten Derivaten vorzunehmen. Im einzelnen muß jedoch auf die ausführliche Originalarbeit verwiesen werden. Erwähnt sei, daß diese Vorschrift bereits erfolgreich zur Endgruppenbestimmung in Polypeptiden angewendet worden ist[1].

Zur chromatographischen Trennung organischer Säuren mit fortschreitend und automatisch geänderter Polarität des Entwicklers[2] haben L. M. Marshall, K. O. Donaldson und F. Friedberg[3] nunmehr auch ein Verfahren für die Ermittlung von R_f-Werten an Hand einer Gleichung angegeben und die Wanderung von *Fumarsäure, Milchsäure, Bernsteinsäure, α-Ketoglutarsäure und cis-Aconitsäure* in Alkohol-Chloroformgemischen geprüft, sowie die Beziehungen zwischen Geschwindigkeit der Änderung der Polarität, Trennwirkung und *Silicagel*menge untersucht. Danach ist z. B. an Systemen mit leichter Freigabe der Säuren die Trennwirkung gering und auch nur wenig Alkohol je Gramm Silicagel notwendig, bis die Maximalkonzentration der Säure im Eluat erscheint und umgekehrt. Bei Systemen gleicher Trennwirkung ist der Ausdruck $[(A \cdot e^{-b}) Q]K$ gleich einer für jede Säure charakteristischen Konstanten S, wobei Q die Gelmenge und K das Fraktionsvolumen bis zum Scheitelpunkt der Elutionskurve je Gramm Gel bedeuten. Die Beziehung wird gestört, sobald das Chloroform ebenfalls Elutionskräfte entfaltet. Werden die Konstanten A und b, die sich aus dem Anstieg des Alkoholgehalts im Chloroform mit der Zeit ergeben, sowie K bestimmt, und ist S für eine bestimmte Säure ermittelt, so kann die erforderliche Gelmenge Q berechnet werden. Das Produkt $K \cdot Q$ schließlich gibt dann an, wann die Maximalkonzentration der Säure im Eluat erreicht ist. Der Wassergehalt im Silicagel beeinflußt S merklich.

K. Cruse.

Flavonderivate können nach C. H. Ice und S. H. Wender[4] chromatographisch getrennt werden, wenn man sie aus einer Lösung in wasserfreiem Aceton an einer *Säule aus Magnesol* (Food Machinery and Chemical Corp. Westvaco Chemical Division, New York) adsorbiert und mit wassergesättigtem Äthylacetat eluiert. Die Methode eignet sich auch zur Isolierung von Flavonderivaten aus Pflanzen, für ihren Nachweis und zur Reinheitsprüfung.

H. Sperlich.

[1] Schroeder, W. A.: J. Amer. chem. Soc. **74**, 281 (1952).

[2] K. O. Donaldson, V. J. Tulane und L. M. Marshall: Analyt. Chemistry **24**, 185 (1952); vgl. diese Z. **138**, 54 (1953).

[3] Analyt. Chemistry **24**, 773 (1952). College Med., Howard Univ., Washington.

[4] Analyt. Chemistry **24**, 1616 (1952). Univ. Norman, Oklahoma (USA).

Mit der Standardisierung von Adsorbenzien und Adsorbenzien-Gemischen, besonders für die Chromatographie von Vitamin A, befaßt sich eine Arbeit von J. B. Wilkie und S. W. Jones[1]. Die Verf. bedienen sich hierzu eines reinen Farbstoffes, „Buttergelb Nr. 4", in besonders gereinigtem (fluorescenzfreiem) und auch in der UV-Durchlässigkeit definiertem[2] Petroläther. Magnesiumoxyd adsorbiert dieses Buttergelb in bestimmtem Ausmaß: der Quotient „g adsorbierter Farbstoff/g Adsorbens" stellt den sogenannten „Adsorptionsindex" dar, der sich auf weniger als 5% Schwankungsbreite reproduzieren läßt. *Technische Ausführung.* Der in abgemessener, überschüssiger Menge angewendete Farbstoff wird mit einer 2 g-Probe des Adsorbenses und 25 ml Petroläther 2 min lang sehr kräftig gerührt. Nach 5 min Absitzdauer wird die klare Flüssigkeit in ein Becherglas abgegossen, das Adsorbens in einen Glasstopsel-Erlenmeyer von 200—300 ml übergeführt und dort solange mit kleinen Anteilen Petroläther (je 30—50 ml) geschüttelt, bis die überstehende Flüssigkeit farblos bleibt (anhaltsweise: etwa 6mal). Die erstmalig überstehende Flüssigkeit und die zum Waschen verwendeten Anteile werden durch eine Fritte filtriert, vereinigt, für aliquote Abnahme aufgefüllt und zur Bestimmung ihres Farbstoffgehalts bei 438 mμ spektrophotometriert. Dieser gelöste Anteil des Buttergelbs, vom Gesamtfarbstoff subtrahiert, ergibt die adsorbierte Menge, die nach Teilung durch 2 (2 g-Probe!) den gesuchten Index liefert.

Die beschriebene Standardisierungsmethodik ist anwendbar und in ihren Ergebnissen einwandfrei bei *MgO* allein wie auch bei seinen Mischungen, z. B. den häufig verwendeten *MgO-Celite-Gemischen*. Sie läßt auch bei äußerlich unveränderten Präparaten deren adsorptive Verschlechterung durch Atmosphärilien, besonders Zutritt von CO_2 und Feuchtigkeit oder auch zu langes Lagern, deutlich erkennen. Gewisse Zusammenhänge zwischen Adsorptionsindex und chromatographischer Eignung (leider nur sparlich belegt) scheinen gleichfalls vorhanden, wenn auch von einer strikten Parallelität beider Bewertungen, z. T. infolge sonstiger, hier nicht erfaßter Einflüsse, vorerst nicht so sehr die Rede sein kann. R. Klockmann.

Über die verteilungschromatographische Trennung und Bestimmung von Nicotin und Nornicotin in Tabak berichtet F. G. Houston[3]. Das Prinzip des Verfahrens besteht darin, daß aus einem Gemisch beider Alkaloide auf einer *Stärkekolonne* das Nicotin leicht mit Hexan herausgewaschen werden kann, während das Nornicotin vollständig zurückgehalten wird. Nornicotin kann dann mit Chloroform eluiert werden. *Ausführung.* Eine Portion gewöhnlicher Stärke, die 5 g Trockensubstanz entspricht, wird in 35—40 ml wassergesättigtem 1-Butanol suspendiert. Die Suspension wird unter leichtem Saugen in eine Glaskolonne (20 mm × 75 cm) gegeben. Sobald das Lösungsmittel bis zur Oberfläche der Stärkesäule abgelaufen ist, wird diese mit einem festsitzenden Wattepfropf abgedeckt. Dann saugt man etwa 25 ml Hexan oder einen ähnlichen leichten Kohlenwasserstoff durch die Säule, um das überschüssige Butanol zu entfernen. Vorbereitung der Probe: 1 g getrockneter und fein gepulverter Tabak wird mit etwa 0,25 g gepulvertem $Ba(OH)_2 \cdot 8\,H_2O$ gemischt und die Mischung mit 1 ml gesättigtem Barytwasser gründlich durchfeuchtet. Wenn der Tabak mehr als 0,1% Ammoniak enthält, läßt man die Mischung noch 15—24 Std über konz. Schwefelsäure im Exsiccator stehen. Dann mischt man die Probe mit 1 g trockener Stärke, gibt sie auf die Kolonne und deckt sie mit einem Wattepfropf ab. — Extraktion und Trennung: Man wäscht die Kolonne unter leichtem Saugen mit 200 ml Hexan und fängt das Eluat in einem 500 ml-Erlen-

[1] Analyt. Chemistry **24**, 1409 (1952). Food and Drug Administr., Feder. Secur. Agency, Washington, D.C.

[2] Bei 300 mμ in einer 1 cm-Quarzküvette mehr als 85% Durchlässigkeit.

[3] Analyt. Chemistry **24**, 1831 (1952). Univ. of Kentucky, Lexington, Ky. (USA).

MEYER-Kolben auf. Anschließend wird das Nornicotin mit 200 ml Chloroform eluiert. *Bestimmung der Alkaloide.* Zu jeder Fraktion werden genau 100 ml destilliertes Wasser, 2 Tropfen 0,1%iger Bromkresolgrünlösung und 10 ml 0,02 n Salzsäure gegeben. Dann schüttelt man kräftig durch, entnimmt nach der Schichtentrennung 50 ml der wäßrigen Phase und titriert die überschüssige Säure mit 0,02 n Natronlauge zurück (1 Tropfen Methylrot als Indicator). Anabasin und andere Tabakalkaloide beeinflussen das Ergebnis praktisch nicht. H. SPERLICH.

Eine einfache automatische Apparatur zur quantitativen chromatographischen Trennung von Zuckern und ihren Methylderivaten haben L. A. BOGGS, L. S. CUENDET, M. DUBOIS und F. SMITH[1] angegeben. Um auch sehr kleine Gehalte in Mengen abzutrennen, die zu ihrer Identifizierung durch Kristallisation ausreichen, ist ein Vorratsgefäß von 4 Litern Eluiermittel vorgesehen. Es wird im übrigen in Anlehnung an L. HOUGH, J. K. N. JONES und W. H. WADMAN[2] an 100 cm langen, 5 cm breiten Säulen chromatographiert, die aus gepulverten, *aschefreien Whatman-Filtern* gestopft sind und durch einen Doppelmantel auf 30° C gehalten werden. Das Eluat wird in einem Kreiskollektor in 200 Fraktionen, entsprechend je 5 ml während der abstufbaren Zeit von 6, 12, 18 oder 24 Std automatisch aufgefangen. Mit einem Tropfen jeder Fraktion wird dann auf Papier mit ammoniakalischem Silbernitrat nach S. M. PARTRIDGE und R. G. WESTALL[3] auf freie reduzierende Zucker, und mit N,N-Dimethyl-p-aminoanilin nach L. A. BOGGS, L. S. CUENDET, E. EHRENTHAL, R. KOCH und F. SMITH[4] auf Methylzucker und Saccharose oder Raffinose geprüft. Einheitliche Fraktionen werden vereinigt und, falls Methyläthylketon-Wasser(I) oder Butanol-Äthylalkohol-Waaser(II) (langsamer eluierend) als Elutionsmittel verwendet wurde, im Vakuum zur Trockne eingedampft. Bei Phenol-Wasser(III) als Elutionsmittel wird zuerst mit Wasser verdünnt und nach Extraktion des Phenols mit Tetrachlorkohlenstoff im Vakuum zur Trockne eingedampft. Dann werden die getrennten Produkte kristallisiert.

Mit Elutionsmittel III werden u. a. getrennt: *l-Rhamnosehydrat* (102 mg) und *d-Glucose* (103 mg), oder *d-Fructose* (125 mg) und *d-Glucose* (125 mg), auch ein Gemisch von *d-Fructose* (30 mg), *Saccharose* (280 mg) und *Raffinose* (190 mg). Mit I lassen sich z. B. *2, 3, 4, 6-Tetramethyl-* (48 mg), *2, 3, 6-Trimethyl-* (48 mg) und *2, 3-Dimethyl-d-glucose* (50 mg) trennen. Der Fehler betrug bei Testgemischen maximal 3%. K. CRUSE.

II. Chemische Analyse anorganischer Stoffe.

Die Bestimmung von Wasser durch KARL-FISCHER-Titration wird durch Eisen(III)-salze gestört, da das Metall-Ion reduziert wird unter gleichzeitiger Ausscheidung von Jod. Diese Störung kann nach A. H. LAURENE[5] vermieden werden, wenn man das Eisen durch Oxin (8-Oxychinolin) komplex bindet. Substanzen, die Fe^{III} enthalten, können dann nach dem folgenden einfachen Verfahren bestimmt werden: Man bringt so viel absolutes Methanol in das Titriergefäß, daß die Elektroden davon bedeckt sind, fügt das 3—4fache der theoretischen Menge von Oxinlösung (9—10 g Oxin in 100 ml absolutem Methanol) hinzu und titriert bis zum Endpunkt. Dann gibt man die Substanz, in der das Wasser bestimmt werden soll

[1] Analyt. Chemistry **24**, 1148 (1952). Univ. St. Paul, Minnesota (USA).
[2] J. chem. Soc. (London) **1949**, 2511; vgl. diese Z. **137**, 32 (1952/53).
[3] Biochemic. J. **42**, 238 (1948).
[4] Nature (London) **166**, 520 (1950).
[5] Analyt. Chemistry **24**, 1496 (1952). Walker Lab., Rensseaer Polytechnic Inst., Troy, N. Y. (USA).

zu und titriert entweder zu Ende, oder versetzt mit einem Überschuß an KARL-FISCHER-Reagens und titriert mit Methanol bekannten Wassergehalts zurück. – Die Methode wurde zur *Bestimmung von H_2O in ätherischen oder alkoholischen Lösungen von Fe^{III}-Salzen* angewandt; sie liefert gute Werte. Mit anderen Komplexbildnern, wie KSCN, α-Benzoin-Oxin und Kupferron verlief die Titration nicht befriedigend. G. DENK.

Kupfer. Zur Isolierung von Kupfer kann man es nach PH. W. WEST, TH. G. LYONS und J. K. CARLTON[1] aus seinen Lösungen als Hydroxyd oder Carbonat fällen und durch Zugabe einer aliphatischen Säure bei bestimmten p_H-Werten in deren Salz überführen. Dieses kann mit einem organischen Lösungsmittel extrahiert werden. Am günstigsten verwendet man dazu eine Mischung von 5% Caprinsäure in Äthylacetat bei p_H 6,3—10,3. Störungen verursachen Mn, Fe, Ni, Co, Pd und Ru, die ebenfalls extrahiert werden. Bei Anwendung von Buttersäure in Benzol oder in Butyraldehyd sind die Störungen geringer, doch vermeidet man gern das Arbeiten mit der unangenehm riechenden Buttersäure. In der lebhaft gefärbten organischen Phase kann das Kupfer auf spektrophotometrischem Wege bestimmt werden. H. ZELLNER.

Bei der gravimetrischen Kupferbestimmung als Kupfer(I)-thiocyanat kann nach R. BELCHER und T. S. WEST[2] $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2$ als Reduktionsmittel[3] dienen. Gegenüber der üblicher Weise verwendeten schwefligen Säure hat das neue Reduktionsmittel keine wesentlichen Vorteile. Im Original ist eine ausführliche Arbeitsvorschrift enthalten. H. SCHMIDT.

Kupferspuren in der Größenordnung von Zehntel Mikrogrammen bestimmt R. H. LAMBERT[4] durch ihre katalytische Wirkung auf die von Dunkelfärbung begleitete Autoxydation von Resorcin nach dem Verfahren von M. YA. SHAPIRO[5]. Die Verfärbung von Resorcinlösungen steigt im Bereich von 0 – 1 μg Cu in 25 ml Lösung geradlinig mit der Kupfermenge an. Sie ist außerdem abhängig von der Resorcinkonzentration, vom p_H-Wert der Lösung, von der Reaktionszeit und -temperatur. Man setzt alle Lösungen mit besonders gereinigtem Wasser an, das man aus destilliertem Wasser erhält, indem man es durch eine Ionenaustauschersäule langsam filtriert, z. B. durch M.B.-1 Amberlite. — *Ausführung.* In einen 25 ml-Meßkolben pipettiert man eine höchstens 1 μg Cu enthaltende Menge der zu untersuchenden Lösung, gibt 1 ml 1%ige Lösung von Resorcin in Isopropylalkohol hinzu, verdünnt mit Wasser bis zum Gesamtvolumen von höchstens 20 ml, bringt im Thermostaten auf die Reaktionstemperatur von beispielsweise 25° C, fügt dann noch 5 ml Phosphatpufferlösung von p_H 12,0 hinzu (14,2 g Na_2HPO_4 und 57 g $Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$ gelöst zu 1 Liter in Wasser), verdünnt mit Wasser auf genau 25 ml und läßt im Thermostaten 30 min stehen. Nach dieser Zeit spült man den Inhalt unter Auffüllen mit Wasser in einen 50 ml-Meßkolben über, in dem sich zur Unterbrechung der Reaktion schon 1 ml Eisessig befindet. Dabei schlägt die Farbe von grün nach rot um. Das Absorptionsmaximum liegt bei 360 mμ. Da aber das noch unveränderte Resorcin mit abnehmender Wellenlänge in zunehmendem Maße ebenfalls absorbiert, also stört, mißt man zweckmäßigerweise nicht bei 360, sondern bei 395 mμ. Den

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **6**, 400 (1952). Louisiana State Univ., Baton Rouge, L. (USA).

[2] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **6**, 337 (1925). Dep. Chem., Univ. Birmingham (England).

[3] Vgl. R. BELCHER und T. S. WEST: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **5**, 364 (1951); vgl. diese Z. **137**, 129 (1952/53).

[4] Analyt. Chemistry **24**, 868 (1952). Kodak Res. Lab., Rochester, N. Y. (USA).

[5] Ž. Anal. Chim. [Russisch] **4**, 199 (1949).

Cu-Wert entnimmt man einer mit bekannten Kupfermengen unter denselben Bedingungen hergestellten Eichkurve. Läßt man Cu-Standarde mit Proben unbekannten Cu-Gehaltes gleichzeitig mitlaufen, dann kann man auf Temperierung im Thermostaten verzichten. Die Ergebnisse sind auf $\pm 0{,}05\ \mu g$ Cu genau. Von fremden Ionen stören in nennenswertem Umfange nur Silber und Eisen durch Erhöhung der Cu-Werte, wenn auf $0{,}5\ \mu g$ Cu mehr als $2\ \mu g$ Ag oder mehr als $50\ \mu g$ Fe kommen. Al, Mg und Sn hemmen die Autoxydation etwas, wenn ihre Konzentration die des Kupfers erheblich übersteigt. Pb, Hg, Ca, Zn und Cd sind in praktisch vorkommenden Konzentrationen ohne Einfluß. F. Neumann.

Eine alkalimetrische Methode für die Bestimmung von Cadmium und Zink gründet M. M. Tillu[1] auf folgende Reaktionen: Cadmiumhydroxyd und ebenso basisches Zinkcarbonat lösen sich in starker Natriumthiosulfatlösung in der Kälte unter Bildung von Doppelsalzen vollständig auf, wobei eine äquivalente Menge Alkali frei wird: $Cd(OH)_2 + 2Na_2S_2O_3 \rightleftharpoons Na_2[Cd(S_2O_3)_2] + 2NaOH$; $3Zn(OH)_2 \cdot 2ZnCO_3 + 10Na_2S_2O_3 \rightleftharpoons 5Na_2[Zn(S_2O_3)_2] + 2Na_2CO_3 + 6NaOH$.

Ein kleiner Überschuß von $Na_2S_2O_3$ stört die Titration des freigesetzten Alkalis nicht. Zur Bestimmung von Cadmium wird die $CdCl_2$-Lösung mit einem geringen Überschuß von NaOH gefällt, der Niederschlag wird in einem Glasfiltertiegel gesammelt und mit heißem H_2O gewaschen. Hierauf bringt man ihn in einen Erlenmeyer-Kolben mit Glasstopfen, gibt etwa 10 ml einer sorgfältig neutralisierten, gesättigten Lösung von $Na_2S_2O_3$ hinzu, schüttelt kräftig und titriert mit 0,1 n Salzsäure gegen Methylorange. — Zinkchloridlösungen werden mit $NaHCO_3$-Lösungen gefällt. Mit Na_2CO_3 gefällter Niederschlag sitzt nicht gut ab und enthält außerdem manchmal ein Natriumzinkcarbonat. Das mit Hydrogencarbonat gefällte basische Zinkcarbonat wird weiter behandelt, wie der $Cd(OH)_2$-Niederschlag. — Lösungen, die Zn und Cd gleichzeitig enthalten, werden mit soviel NaOH versetzt, daß Zink sicher gelöst bleibt. Im Rückstand kann dann Cd ermittelt werden. Das Filtrat wird mit Salzsäure neutralisiert, eingeengt und dann das Zink nach der obigen Methode bestimmt. Die Fehler der Bestimmungen sind nicht größer als 0,6%. Die Verfahren haben den Vorteil, daß Zn und Cd schnell und mit einfachen Mitteln getrennt und bestimmt werden können. G. Denk.

Bei der maßanalytischen Aluminiumbestimmung durch Neutralisation können nach M. Beck und Z. G. Szabó[2] die durch Bildung basischer Salze bedingten Fehler ausgeschaltet werden, wenn man die Titration von der alkalischen Seite her ausführt. Man titriert mit Säure, und zwar einmal ohne, das andere Mal mit Zusatz von Alkalifluorid, in beiden Fällen auf p_H 6,8—8,0 mit Neutralrot als Indicator. Die Differenz der beiden Titrationen ergibt den Aluminiumwert. Bis zu 5 mg Fe, Zn, Mg, Cr, Ba, SO_4 oder NO_3 verursachen Fehler von höchstens 0,2—0,3%, bei der Bestimmung von 4,5 mg Al. In Gegenwart von Carbonat treten bis zu 5% Fehler auf. Die Glasgeräte müssen, um Störungen durch Kieselsäure zu vermeiden, gut mit Paraffin überzogen sein. — *Ausführung.* In einem mit Paraffin ausgekleideten 100 ml-Kolben versetzt man eine 20—100 mg Aluminium enthaltende Lösung mit einer zur Aluminatbildung ausreichenden Menge 0,2 n carbonatfreier Natronlauge. Die entstandene Lösung soll etwa 0,1 n an freiem Alkali sein. Man füllt auf 100 ml auf und titriert einen Anteil von 20 ml mit 0,1 n Salzsäure bis zum Umschlag von Neutralrot. Weitere 20 ml Lösung versetzt man mit 20 ml neutraler 7%iger KF- oder 4%iger NaF-Lösung und titriert wieder mit Salzsäure gegen Neutralrot. Die gesuchte Aluminiummenge berechnet sich aus der Differenz der beiden Titrationen. 1 ml 0,1 n Salzsäure entspricht 0,899 mg Aluminium. H. Zellner.

[1] Analyt. Chemistry **24**, 1495 (1952). Ramnarain Ruia College, Bombay, Indien.
[2] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **6**, 316 (1952). Univ. Szeged, Ungarn.

Zur Bestimmung von Kohlenmonoxyd mit Hilfe von Palladiumchlorid verbessert E. W. Rice[1] die Methode von A. A. Christman und Mitarb.[2] dadurch, daß er den colorimetrischen Farbvergleich durch die photometrische Messung ersetzt. Das Verfahren besteht darin, daß man das aus einer Palladiumchloridlösung bekannten Gehalts durch CO ausgeschiedene Palladium abfiltriert und im Filtrat das überschüssige $PdCl_2$ mit Kaliumjodid zu PdJ_2 umsetzt, dessen bernsteingelbe Lösung gemessen wird. Für die toxikologische *Analyse von Luftproben* wird die Apparatur von Christman[2], für *Blutuntersuchungen* die von H. J. Fister[3] verwendet. Nachdem die Reduktion durch das Kohlenoxyd beendet ist, wird durch ein Papierfilter filtriert, 10 ml des Filtrats werden in einen 100 ml-Meßkolben pipettiert, etwa 35 ml Wasser und 1,6 g festes Kaliumjodid dazu gegeben und aufgefüllt. Das Maximum der Färbung wird nach wenigen Minuten erreicht und bleibt mindestens 4 Std konstant. Photometriert wird mit der Wellenlänge 400 mμ, gegen KJ als Vergleichslösung. Kleinere Schwankungen der Raumtemperatur sind ohne Einfluß. Der Gehalt an Kohlenoxyd kann nach den von Christman[2] und Fister[3] gegebenen Daten errechnet werden. G. Denk.

Zur Mikrobestimmung von Phosphat verbessert B. C. Soyenkoff[4] sein früher[5] empfohlenes Verfahren dadurch, daß er an Stelle des Farbstoffes Chinaldinrot sein auch in kaltem Wasser leicht lösliches Derivat, nämlich *2-p-Dimethylaminostyrylchinolinäthylsulfat* anwendet. Die Darstellung des Farbstoffes wird beschrieben. Die Störungen durch Säuren sind gegenüber der früheren Methode herabgesetzt, die Molybdatmenge muß genau gemessen werden. Eiweiß stört sehr, ebenso stören Citronsäure und Kieselsäure. In abnehmendem Maße wird die Bestimmung ferner beeinflußt durch: Eisen(III), Fluorid, Milchsäure, Glucose und Magnesium, Calcium, Natrium, Harnstoff, Äthanol sind praktisch ohne Einfluß. — Das Verfahren ist zur Phosphatbestimmung in mit Trichloressigsäure enteiweißten Proben, in verascheten *biologischem Material* usw. bestimmt. Es ist 15mal empfindlicher als das Molybdänblauverfahren von C. H. Fiske und Y. Subbarow[6]. 0,02 bis 0,2 mg P können auf etwa 2% genau bestimmt werden. Die Werte sind im Durchschnitt um etwa 2% niedriger als die nach der Amidol-Molybdänblaumethode erhaltenen Zahlen. — *Farbstoffreagenslösung.* Man löst 1,22 g Benzoesäure und 1,23 g Nicotinsäure unter Zusatz von 2,84 g NH_4HCO_3 in 94 ml Wasser, fügt 1,18 g Bernsteinsäure zu, vertreibt den CO_2-Überschuß durch Rühren, versetzt dann unter weiterem Rühren mit 10 ml 0,1%iger Farbstofflösung, 2 ml frisch hergestellter 1%iger Gummiarabicumlösung und 88 ml Wasser. Die Lösung ist vor Sonnenlicht zu schützen. — *Molybdatlösung.* Man versetzt eine frisch bereitete Lösung von 8,85 g Ammoniummolybdat in etwa $\frac{1}{2}$ Liter Wasser mit 270 ml 10 n Schwefelsäure und verdünnt mit Wasser auf 1 Liter. — *Bestimmung.* Man bringt in ein trockenes Mikroreagensrohr 2 ml Probelösung, 2 ml Farbstoffreagenslösung und hierauf unter Rühren 1 ml Molybdatlösung (genau gemessen). Nach 10 min photometriert man bei 525 mμ (Grünfilter) gegen Blindansatz. Die Eichkurve von

[1] Arch. ind. Hyg. occupat. Med. **6**, 487 (1952).

[2] J. biol. Chemistry, **102**, 595 (1953). — Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **9**, 153 (1937); vgl. diese Z. **117**, 276 (1939).

[3] Manual of Standardized Procedures for Spectrophotometric Chemistry, New York 1950.

[4] J. biol. Chemistry **198**, 221 (1952). New York Univ., Coll. of Dentistry, New York.

[5] J. biol. Chemistry **168**, 447 (1947).

[6] J. biol. Chemistry **66**, 382 (1925); vgl. diese Z. **85**, 110 (1931).

0–0,4 mg P/Liter wird unter den gleichen Bedingungen mit KH_2PO_4-Lösungen aufgestellt, die 5 ml 10 n Schwefelsäure im Liter enthalten. Der Temperaturkoeffizient zwischen 20 und 30° C liegt bei +0,5%. H. Pohl.

Über einen sehr empfindlichen Nachweis der Arsengruppe durch induzierte Fällung von Kupfer(I)-sulfid mit Arsen- bzw. Antimon- oder Wismutspuren aus thiosulfathaltiger Lösung durch Ansäuern mit Essigsäure berichtet A. E. J. Müller[1]. Der gefärbte Niederschlag kann zur halbquantitativen colorimetrischen Bestimmung des Arsens herangezogen, bzw. nach dem Abfiltrieren quantitativ ausgewertet werden. *Ausführung.* Die Reagenslösung besteht aus 5 g Natriumthiosulfat und 0,25 g Kupferacetat- oder sulfat in 100 ml Wasser. Diese Lösung ist längere Zeit halbtar, jedoch muß vor jedem Gebrauch von etwa ausgeschiedenem Schwefel abfiltriert werden. Die zu untersuchende, mit Soda neutralisierte Lösung wird bei Raumtemperatur zu 100 ml Reagenslösung gegeben und dann mit 2–3 ml konz. Essigsäure angesäuert. Daneben wird eine Chemikalienblindprobe unter den gleichen Bedingungen angesetzt. Nach kurzer Zeit färbt sich die arsenhaltige Probe mehr oder minder orangerot, bzw. es bildet sich bei großen Arsengehalten ein orangeroter Niederschlag von Kupfer(I)-sulfarsenit (wahrscheinlich $3Cu_2S \cdot As_2S_3$ – $2Cu_3AsS_3$), dessen Farbtiefe mit einer Arsentestlösung unter den gleichen Bedingungen verglichen werden kann. Um das Ausfallen des Niederschlages zu verhindern, kann man vor dem Ansäuern noch einige ml einer 10%igen Gummiarabicumlösung zufügen, wodurch der colorimetrische Vergleich erleichtert wird. Die Empfindlichkeit wird (in Reagensgläsern 18–20 mm ∅) mit etwa 10 mg As_2O_3 Liter angegeben. Bei Verwendung von größeren Gefäßen (z. B. 1000 ml-Kolben, großen Colorimeterzylindern) soll die Färbung noch bei einem Gehalt von 0,001 mg As_2O_3 ml, also einer Verdünnung 1:1 Million, erkennbar sein. In Fällen, wo die Menge des Arsens sehr gering ist, kann man nach genügend langem Stehen die Farbe der Bodensätze vergleichen. Die Blindprobe sieht dann weiß bis schwach gelblich, die arsenhaltige Probe gelbrotstichig aus. Ferner wird empfohlen, in der neutralisierten arsenhaltigen Lösung 5% ihres Gewichtes an Natriumthiosulfat und 0,25% an Kupferacetat- oder -sulfat direkt zu lösen und danach mit 2% an Eisessig anzusäuern. Analog gestaltet sich die Prüfung auf Antimon oder Wismut. Antimon gibt eine eisenhydroxydbraune, Wismut eine schokoladenbraune Fällung. Die Empfindlichkeit ist hier aber nicht so groß wie bei Arsen. Die Fällungen der Spurenelemente sind selbst bei starker Verdünnung quantitativ. Will man die Niederschläge verarbeiten, so empfiehlt es sich, nach dem qualitativen Nachweis auf je 100 ml Volumen 3–4 ml konz. Salzsäure zuzufügen, kräftig umzuschütteln und dann das Schwefel-Arsenkupfersulfidgemisch abzufiltrieren. Die Methode läßt sich zum *Arsennachweis* in anorganischen und organischen Lösungen (*Harn, Serum* usw.) anwenden. Die organische Substanz wird zweckmäßig vorher mit Salpetersäure zerstört. Quecksilber, Blei und Silber stören die Bestimmung und müssen vorher entfernt werden. H. Pohl.

Zur Chlorbestimmung in Chloriden und wasserlöslichen Chlorhydrinen geben W. G. Domask und K. A. Kobe[2] eine Modifikation des *mercurimetrischen Titrationsverfahrens* an, die hauptsächlich darin besteht, daß dem von F. E. Clarke[3] empfohlenen Mischindicator von Diphenylcarbazon und Bromphenolblau Xylencyanol FF als dritte Komponente zugefügt wird. Der Farbumschlag am Ende der Titration wird dadurch weiter verschärft. — *Ausführung: Mischindicator.* Man löst 0,5 g krist. Diphenylcarbazon, 0,05 g krist. Bromphenolblau und 0,12 g krist.

[1] Chemiker-Ztg. **76**, 196 (1952).

[2] Analyt. Chemistry **24**, 989 (1952). Univ. Austin, Texas (USA).

[3] Analyt. Chemistry **22**, 553, 1458 (1950); vgl. diese Z. **134**, 60, 393 (1951/52).

Xylencyanol FF in 100 ml 95 Vol%igem Äthylalkohol. – Die Quecksilber(II)-nitratlösung wird durch Auflösen von 52 g $Hg(NO_3)_2 \cdot H_2O$ in 100–150 ml Wasser mit 6 ml konz. (70%iger) Salpetersäure und Verdünnung auf 3 Liter in brauner Flasche hergestellt. Zur Einstellung wird eine 0,1 n Natrium- oder Kaliumchloridlösung benutzt, von der man eine passende Menge in einen 250 ml-Erlenmeyer-Kolben pipettiert und soviel Wasser zusetzt, daß das Gesamtvolumen der Flüssigkeit beim Titrationsendpunkt etwa 100 ml beträgt. Hierauf fügt man 5 Tropfen Mischindicator zu. Ist die Lösung nahezu neutral, so färbt sie sich blau. Mit einigen Tropfen 0,1 n Salpetersäure stellt man auf etwa p_H 3,5 ein. Es tritt hierbei ein Umschlag von blau nach bläulich-grün ein. Diese Farbe bleibt während des größten Teiles der Titration unverändert. 0,5–0,2 ml vor dem Titrationsende nimmt die Lösung graue Farbe an, dann wird sie fast farblos. Der Endpunkt ist durch das Auftreten einer bleibenden Violettfärbung gekennzeichnet. Da der Verbrauch an Maßflüssigkeit von den Versuchsbedingungen, hauptsächlich von der Quecksilber-(II)-chloridkonzentration am Endpunkt der Titration abhängt, stellt man eine Eichkurve auf, in welcher man den berechneten Normalitätswert (Np) als Funktion der erforderlichen Quecksilber(II)-nitratlösung (ml) aufträgt. Die zu untersuchenden Proben von Chlorhydrinen werden nach L. Trafelet[1] vorbereitet. Die Titration erfolgt wie beschrieben. Man liest dann aus der Eichkurve den zur verbrauchten Menge Meßlösung zugehörigen Np-Wert ab und berechnet die Prozente Chlorid aus $\%Cl = [\text{(ml Meßlösung)} \cdot Np \cdot 3{,}546]$ Einwaage. Zur Hydrolyse organischer Chloride verwendet man etwa 0,5 g Natriumhydroxyd in der von Trafelet empfohlenen Natronlauge. Von Metall-Ionen stören Kupfer-Ionen nicht bis zu einer Konzentration von 25 Teilen je Million, während Eisen-Ionen nur bis zur Konzentration von 10 Teilen je Million zulässig sind. Das Verfahren liefert sehr genaue und gut reproduzierbare Werte. Infolge Klarbleibens der Lösungen sind die Titrationen rasch ausführbar. H. Freytag.

Die maßanalytische Bestimmung des Eisens nach Reduktion mit Aluminiumpulver wurde von E. R. Riegel und R. D. Schwartz[2] neu untersucht. Wie die Versuche zeigen, ist feinstes Al-Pulver (Reynolds Nr. 400) wegen seiner großen Oberfläche ein besonders wirksames Reduktionsmittel. In salzsaurer Lösung geht die Reaktion schneller als in schwefelsaurer. Da aber andererseits Cl^--Ionen die Reoxydation des zweiwertigen Eisens durch den Luftsauerstoff begünstigen, empfiehlt es sich doch, in schwefelsaurer Lösung zu arbeiten. *Ausführung.* Eine Menge von 3–5 mÄqu. Eisen wird in 25 ml einer 1,25 m Schwefelsäure gelöst und mit 14 mÄqu. Al-Pulver versetzt. Es wird erhitzt, bis alles Al gelöst ist und dann noch weitere 5 min. Nach dem Abkühlen gibt man 10 ml einer 6 m H_3PO_4-Lösung hinzu und titriert mit 0,1 n $K_2Cr_2O_7$-Lösung entweder potentiometrisch oder gegen Bariumdiphenylaminsulfonat als Indicator. Eventuell ist ein Blindwert abzuziehen, der dem Eisengehalt des verwendeten Aluminiumpulvers entspricht. Eisennitratlösungen werden erst mit 10 ml Schwefelsäure (1:1) erhitzt, bis Nebel von SO_3 entweichen. Nach dem Abkühlen und Verdünnen wird, wie oben beschrieben, titriert. Lösungen, die Cl^--Ionen enthalten, müssen abgeraucht werden, bis die Konzentration an Cl unter 1 m ist. *Zur Bestimmung des Eisengehalts von Siliciumcarbid* wird Fe erst als Sulfid gefällt, dann in 10 ml Schwefelsäure (1:1) gelöst und die Lösung erhitzt bis SO_3-Nebel entweichen. Wegen des geringen Eisengehalts empfiehlt es sich, 0,01 n $K_2Cr_2O_7$-Lösung als Maßflüssigkeit zu verwenden. G. Denk.

Die gravimetrischen Bestimmungsmethoden für Platin sind nur wenig daraufhin untersucht, wie weit sie auch für Mikroanalysen geeignet sind. A. P. Blackmore,

[1] Analyt. Chemistry **20**, 68 (1948); vgl. diese Z. **129**, 452 (1949).
[2] Analyt. Chemistry **24**, 1803 (1952). Univ. Buffalo, N.Y. (USA).

M. A. Marks, R. R. Barefoot und F. E. Beamish[1] prüften die Brauchbarkeit einiger Methoden für kleine Mengen Platin, und zwar die Fällung als $(NH_4)_2PtCl_6$ und die Reduktionen mit HCOOH und mit Zn. Die beiden ersten Verfahren lieferten für die in Betracht kommenden Mengen von 1—10 mg Platin unbefriedigende Werte. Die eingehenden Untersuchungen über die *Reduktion mit Zink* ergaben dagegen, daß man bei Einhalten der vorgeschriebenen Versuchsbedingungen gute Resultate erhält. Wichtig ist, daß der Zinkstaub sehr langsam zugegeben wird und daß das überschüssige Zink im H_2-Strom abdestilliert wird. — *Analysenvorschrift.* Die etwa 10 mg Pt enthaltende H_2PtCl_6-Lösung wird auf dem Wasserbad zur Sirupkonsistenz eingedampft, mit 5 ml konz. Salzsäure versetzt und mit H_2O auf 85 ml verdünnt. Inzwischen hat man durch rasches Übergießen von Zinkstaub mit Wasser unter kräftigem Rühren eine Zinksuspension mit 5,5 mg Zn ml hergestellt. Von dieser läßt man zur Platinlösung in jeder Minute 0,5 ml innerhalb 10—15 sec zutropfen, so daß im ganzen 100 mg Zink zugefügt werden. In der Zwischenzeit werden Reaktionsmischung und Suspension jeweils kräftig gerührt. Eine zweite Menge von 100 mg Zn wird dann ebenso, aber in doppelt so großen Portionen zugegeben. Danach wird die Mischung 1 Std gekocht, heiß filtriert, der Rückstand dekantierend mit 5 ml heißer 1%iger Salzsäure gewaschen, dann aufs Filter gebracht und mit 60—70 ml heißer 1%iger NH_4Cl-Lösung gewaschen. Das Filter wird verascht, die Temperatur gesteigert und schließlich 1 Std bei 600° C gehalten. Nach dem Abkühlen wird auf dem Méker-Brenner 1 Std im H_2-Strom erhitzt und dann bei Zimmertemperatur gewogen. Von dieser Auswaage wird ein Blindwert abgezogen, den man dadurch erhält, daß man die gleiche Menge Zink mit Salzsäure von p_H 1,3 so lange erhitzt, bis keine Reaktion mehr zu sehen ist, dann filtriert, verascht, glüht und wägt. — Liegen nur 1—5 mg Pt vor, dann gibt man lediglich 50 mg Zinkstaub, in 20 ml H_2O suspendiert, innerhalb 1 Std zu. Nachdem man 15 min gekocht hat, werden 0,5 ml 3 n Salzsäure hinzugefügt, man kocht weitere 45 min und behandelt dann, wie oben beschrieben.

G. Denk.

IV. Spezielle analytische Methoden.

1. Auf Lebensmittel und Gesundheitspflege bezügliche.

Die Wichtigkeit der Geruchs- und Geschmacksprüfung von Ölen und Lebensmittelfetten hebt P. Balavoine[2] in einem kurzen Bericht hervor. Mittels Sinnesprüfung sollten nur Experten die Qualität z. B. eines Olivenöles beurteilen. Was die Ranzigkeit eines Fettes oder Öles angeht, so bestehen Beziehungen zwischen den chemischen Nachweisreaktionen auf Aldehydranzigkeit (Kreis, von Fellenberg, Täufel) und dem Geschmack des Produktes. Ab 5 mg% Epihydrinaldehyd ist der ranzige Geschmack wahrnehmbar. Die chemischen Nachweisverfahren sind im allgemeinen empfindlicher als die Sinnesprüfung, diese soll jedoch bei der Beurteilung der Verwendungsfähigkeit des Fettes den Ausschlag geben. Das Kreissche Reagens soll nur mit Resorcin hergestellt werden. H. Christensen.

Ein Verfahren zur Bestimmung des Phosphors in phosphatidarmen Fetten beschreibt H. Thaler[3]. Hierbei wird wie nach seiner früheren Vorschrift[4] das Fett in Gegenwart von MgO verbrannt und der Phosphor colorimetrisch nach der Molybdänblaumethode bestimmt. Die vom Verf. früher beobachtete starke Streuung

[1] Analyt. Chemistry **24**, 1815 (1952). Univ. Toronto, Ontario (Canada).

[2] Mitt. Gebiete Lebensmittelunters. Hyg. (Bern) **43**, 521 (1952).

[3] Fette u. Seifen **54**, 763 (1952). Dtsch. Forsch.-Anst. Lebensmittelchemie, München.

[4] Thaler, H., u. E. Just: Fette u. Seifen **51**, 55 (1944).

der Resultate geht, wie sich jetzt herausstellte, auf geringe Mengen an Kieselsäure zurück, die aus dem MgO oder der Quarzschale stammen können. Bei der Reduktion mit Hydrazinsulfat stören weder geringe Mengen an Kieselsäure, noch eine höhere Mg-Konzentration. Außerdem ist die hierbei erreichte Farbintensität sehr beständig. In Anlehnung an ein von J. M. R. Beveridge und S. E. Johnson[1] angegebenes Verfahren wird folgende Arbeitsweise empfohlen: Eine der Phosphatidmenge entsprechende Einwaage (1—5 g) wird nach Überdecken mit 2,5 g MgO in einer Platin- oder Quarzschale vorsichtig verascht und schließlich im elektrischen Ofen bei 800° C weiß geglüht. Die Phosphormengen von 5—100 μg durchfeuchtet man mit 10 ml Wasser und anschließend gibt man 15 ml 10 n Schwefelsäure zu. Wenn sich unter gelindem Erwärmen alles gelöst hat, fügt man 10 ml Wasser zu und filtriert in einen 100 ml-Meßkolben. Nach Zugabe von 10 ml Natriummolybdatlösung (25 g $Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$ werden in 1000 ml 10 n Schwefelsäure gelöst) und 4 ml Hydrazinsulfatlösung (0,15 g in 100 ml dest. Wasser) füllt man zur Marke auf und stellt 10 min lang in ein lebhaft siedendes Wasserbad. Nach Abkühlen in kaltem Wasser ergänzt man das verdampfte Wasser und mißt die entstandene Färbung unter Verwendung von Orangefilter OG 2 gegen einen mit den Reagenzien (auch mit MgO) allein angestellten Blindversuch. Dieser Blindwert ist wegen der Beständigkeit der Färbung den ganzen Tag über verwendbar. Die Auswertung erfolgt an Hand einer Eichkurve, die man mit P-Mengen von 10—100 μg unter jeweiligem Zusatz von 2,5 g MgO aufgestellt hat. Bei größeren P-Mengen überführt man die in Schwefelsäure gelöste Asche in einen 500 ml-Meßkolben und pipettiert nach Auffüllen eine Menge, die 40—80 μg P entspricht, in einen 100 ml-Meßkolben, setzt eine Lösung von 2,5 g MgO in 10 ml Wasser und 15 ml 10 n Schwefelsäure zu und verfährt dann wie oben. Die gefundene P-Menge wird mit dem Faktor 25,44 auf Lecithin (Oleo-Stearo-Lecithin vom MG. 788 mit 3,929% P) umgerechnet.

L. Acker.

Zum schnellen Nachweis von Ersatzstoffen in Speisefetten eignet sich nach R. J. Morris, R. D. Mac Phee und E. L. Randall[2] die *Ultraviolettspektrophotometrie*, mit der konjugierte Diene, Triene und Tetraene in Fett- und Ölproben sicher erfaßt werden können. Durch das Fehlen von Tetraenverbindungen in Margarine und Baumwollsamenöl kann man diese sehr rasch von Butter bzw. Olivenöl unterscheiden. Pferdefett enthält viel mehr Linolensäure als Schweine- oder Rinderfett. Verfälschungen mit Pferdefett können auf diese Art festgestellt werden. Die Messungen wurden mit dem Beckman-Quarz-Spektrophotometer gemacht und nach dem „Report of Spectroscopy Committee“[3] ausgewertet. — *Ausführung.* Die Butter- und Margarinefette werden nach der A.O.A.C.-Methode[4] isoliert, im Meßkolben eingewogen, mit reinstem n-Heptan gelöst, zur Marke aufgefüllt und Absorptionsmessungen von 220—330 mμ gemacht. Besonderer Augenmerk wurde auf Extinktionsmaxima bei 322, 316 und 310 mμ wegen konjugierter Tetraene, bei 274, 268, 262 mμ wegen konjugierter Triene und 233 mμ wegen konjugierter Diene gerichtet. Butterfette zeigen folgende Ergebnisse: Etwa 1% Dien-, 0,020% Trien- und 0,003% Tetraenverbindungen, während Margarinefette etwa 0,6% Dien-, 0,015% Trien-, und praktisch keine Tetraenverbindungen haben. Oliven- und Baumwollsaatöl wurden keiner weiteren Vorbehandlung unterworfen, nur mit n-Heptan entsprechend verdünnt und gemessen. Olivenöle enthalten etwa 0,2% Dien-, 0,01% Trien- und 0,001% Tetraenverbindungen, während Baumwoll-

[1] Canad. J. Res. (Sect. E) **27**, 159 (1949); vgl. diese Z. **132**, 196 (1951).
[2] Analyt. Chemistry **24**, 1396 (1952). Univ. Reno, Nevada (USA).
[3] Stillman, R. C.: J. Amer. Oil Chemist's Soc. **26**, 399 (1949).
[4] Official and Tentative Methods of Analysis 5. Edit. Method 22, 112 (1940).

saatöl bei sonst ähnlicher Analyse keine Tetraenverbindungen enthält. Schweine-, Rinder- und Pferdefette werden mit Alkali behandelt, die Linolensäure wird spektrophotometrisch bestimmt, Pferdefett enthält etwa 14 –19% dieser Verbindung, während Rinderfett nur 0,2% und Schweinefett 0,4% enthalten.
H. Pohl.

Zum Sesamölnachweis in Margarine und Fettsubstanzen, die außerdem Farbstoffe enthalten, empfehlen Sc. Anselmi und Adriana Cesari[1] eine Modifikation des Verfahrens von R. Lucentini[2], die in diesem Falle entgegen der Kritik von E. Ruppol und A. Smats[3] gute Ergebnisse liefert. Man versetzt 50 ml Fett mit dem doppelten Volumen an neutralem Äthylalkohol und erwärmt unter Rückfluß 1/4 Std auf dem Wasserbad. Die alkoholische Lösung behandelt man mit Aktivkohle und dampft sie dann auf dem Wasserbade ein. Der ölige Rückstand (1 oder 2 ml) wird mit Furfurol und Salzsäure geprüft. An der Rotfärbung sind noch 0,5% Sesamöl nachweisbar.
H. Freytag.

Zur Bestimmung von Arsen in Obst und Gemüse oder deren weiter verarbeiteten Erzeugnissen empfehlen J. C. Bartlet, Margaret Wood und R. A. Chapman[4] eine Abänderung der Arbeitsweise von H. J. Magnuson und E. B. Watson[5]. Mit einem Gemisch aus HNO_3 und H_2SO_4 wird die organische Substanz von 5—50 g Untersuchungsmaterial zerstört. Wenn zur Beschleunigung des Aufschlusses Perchlorsäure benutzt wird, muß solange erhitzt werden, bis nach dem Abkühlen kein Kaliumperchlorat mehr ausfällt. Die erhaltene Lösung oder eine aliquote Menge (nicht über 30 mg As enthaltend) bringt man in den zweihalsigen Destillationskolben von 250 ml Inhalt nach Magnuson und Watson und erhitzt nach Zugabe von 5 ml Schwefelsäure und einigen Glasperlen bis zum Auftreten von Schwefelsäuredämpfen. Man kühlt nun ab, fügt 5 ml Wasser zu, erhitzt und läßt durch einen auf den Kolben aufgesetzten Tropftrichter 2 ml 30%ige KBr-Lösung und weitere 5 ml Wasser zufließen. Die Destillation wird bis zum Auftreten feiner Nebel fortgesetzt. Dies soll 4—9 min nach Zugabe der KBr-Lösung der Fall sein. Das Destillat spült man in einen 25 ml-Meßkolben und fügt 2 ml Ammoniummolybdatlösung (1 g Ammoniummolybdat gelöst in 10 ml Schwefelsäure 1:3, mit Wasser auf 100 ml aufgefüllt), sowie 2 ml einer 0,05%igen Hydrazinsulfatlösung zu. Nach kräftigem Schütteln wird mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt, im siedenden Wasserbad 10 min erhitzt, anschließend gekühlt und bei 840 mμ colorimetriert. Ein Blindversuch ist auszuführen. — Bei Gegenwart von Zinn ist es zweckmäßig, vor der Destillation die Analysenlösung mit Kupferron und Chloroform auszuschütteln. Der As-Gehalt der Gemüse wird mit 0,1—2,5, derjenige der Obstsäfte mit 0,02 bis 0,5 Teilen je Million angegeben.
J. Koch.

Eine Schnellmethode zur Untersuchung von Gelee auf Saccharose, Invertzucker und Glucose schlägt E. M. Chatt[6] vor. Zunächst ist aus dem Gelee eine 7,5%ige Lösung herzustellen, indem 150 ml einer 10%igen *Stamm*lösung im 200 ml-Meßkolben mit 40 ml Phosphorwolframsäurereagens (gleiche Teile 10%iger NaCl-Lösung und 10%iger Phosphorwolframsäurelösung gemischt) versetzt und mit

[1] Rend. Ist. super. Sanità **14**, 624 (1951). Ist., Sup. di Sanità, Rom.
[2] Ann. Chim. applicata **21**, 82 (1931).
[3] J. Pharmac. Belgique **14**, 456 (1932).
[4] Analyt. Chemistry **24**, 1821 (1952). Food Drug Lab., Dep. of Nation. Health a. Welfare, Ottawa (Canada).
[5] Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **16**, 339 (1944).
[6] Analyst (London) **77**, 335 (1952). Brit. Food Manufacturing Indust. Res. Assoc., Letherhead, Surrey (England).

Wasser bis zur Marke aufgefüllt werden. Die optische Drehung in Natriumlicht wird nach Filtration bei 20° C gemessen und die spez. Drehung (D) errechnet. Anschließend wird die *Inversion* wie folgt durchgeführt: 80 ml Filtrat werden im 100 ml-Meßzylinder mit 10 ml 6,34 n Salzsäure im Wasserbad innerhalb 2 min auf 60° C erhitzt und 10 min auf dieser Temperatur gehalten. Nach dem Abkühlen auf 20° C und Auffüllen bis zur Marke läßt man 1 Std bis zur Messung stehen. — In der *nichtinvertierten* 1,5%igen Lösung werden nach Neutralisation mit 2 n Natronlauge die reduzierenden Zucker (berechnet als Invertzucker) nach J. H. Lane und L. J. Eynon[1] mit Fehlingscher Lösung bestimmt.

Berechnung: *Saccharose* (S) = (D — I) 0,884. Die Drehung, die der Summe aus Invertzucker + Glucose (A) entspricht, ist $A = D - 0{,}665 \times S$. — Wenn B der Prozentgehalt der reduzierenden Zucker in der Probe ist (berechnet als Invertzucker) und Y der Prozentgehalt an Invertzucker, errechnet sich der Gehalt an *Glucose* (X) nach folgender Formel: $X = 2{,}2\,(B - Y)$. J. Koch.

Eine Übersicht über die in der amerikanischen Stärke- und Traubenzuckerindustrie zur Untersuchung der Verkaufsprodukte angewandten Methoden gibt W. R. Fetzer[2]. Es handelt sich dabei: 1. um die Feststoffbestimmung von Stärke, Stärkesuspensionen, Stärkesirup und Traubenzuckerlösungen mit Pyknometer und Baumé-Spindel, durch Trocknen im Luft- oder Vakuumtrockenschrank oder bei klaren Lösungen wie Stärkesirup und Traubenzucker durch Messung der Lichtbrechung; 2. um die Bestimmung des Reduktionsvermögens gegen Fehlingsche oder andere Lösungen; 3. um die Abschätzung der Farbe von Stärke und ihren Verzuckerungsprodukten und schließlich um die Messung der Viscosität. Von den dazu benutzten Geräten und Apparaten werden ein für die Zuckerbestimmung geeignetes, auf genau 100° C konstant bleibendes, mit einer Wasser-Glykolmischung gefülltes Heizbad, zum Farbvergleichen ein abgeändertes Duboscq-Colorimeter und vor allem zur Viscositätsmessung eine Reihe von einfachen Betriebs- bis zu komplizierten Laboratoriumsgeräten beschrieben und im Bild wiedergegeben. Der Verf. erwähnt dabei, daß sich die wegen ihrer leichten Handhabung und Unempfindlichkeit beliebten einfachen Auslaufviscosimeter (z. B. Viscosimetertrichter) von den neueren Geräten nur langsam verdrängen lassen. F. Neumann.

Bei der Untersuchung von Mehl auf Pyrethrin-Spuren nach der Methode von Seil fanden A. A. Schreiber und D. B. Mc Clellan[3] in keinem Falle Pyrethrin I, in allen Fällen jedoch Hinweise auf kleine Mengen von Pyrethrin II. Dessen isoliertes Vorkommen in Abwesenheit von Pyrethrin I ist aber noch nicht beobachtet worden. Die Verf. weisen nach, daß Pyrethrin II durch ungesättigte Fettsäuren vorgetäuscht werden kann, die sich infolge der höheren Löslichkeit ihrer Bariumsalze einer vollständigen Abtrennung bei dem regulären Analysengang nach Seil entziehen. Der Fehler kann durch katalytische Hydrierung dieser Säuren mit Palladiumoxyd-Bariumsulfat auf weniger als 1% des ursprünglichen herabgedrückt werden. Auch die amtliche Methode der Pyrethrinbestimmung (AOAC-Methode) mit Denigès-Reagens wird durch ungesättigte Fettsäuren gestört, die hier zu hohe Werte für Pyrethrin I verursachen. Überall dort, wo infolge des Analysensubstrats solche Fettsäuren anzunehmen sind, wird daher empfohlen, vor Anwendung der Seil-Methode oder der AOAC-Methode eine katalytische Hydrierung vorzunehmen. W. Fischer.

[1] J. Soc. chem. Ind. **42**, 32T (1923); vgl. diese Z. **75**, 307 (1928).

[2] Analyt. Chemistry **24**, 1129 (1952). Clinton Foods Inc., Clinton, Iowa (USA).

[3] Analyt. Chemistry **24**, 1194 (1952). Mc Laughlin Gormley King Co., Inc., Minneapolis, Minn. (USA).

Zur Bestimmung von Trimethylaminoxyd in Fischorganen absorbiert man nach S. Hjorth-Hansen[1] das durch Reduktion erhaltene Trimethylamin in dem Mikrodiffusionsapparat nach E. J. Conway in überschüssiger titrierter Salzsäure und bestimmt es durch Rücktitration des Säurerestes mit Lauge. — *Ausführung.* Man suspendiert 100 g gehackten Fisch in 300 ml Wasser, homogenisiert und erwärmt auf 60° C. Bei dieser Temperatur fügt man 100 ml kolloidales Eisen(III)-hydroxyd (10% Fe_2O_3) und soviel Salzsäure zu, daß der isoelektrische Punkt der Proteine erreicht wird. Dann erwärmt man auf 70° C. Durch Filtrieren oder Zentrifugieren trennt man das Koagulat ab. In die äußere Kammer des Conway-Apparates gibt man 1 ml des Extrakts und 3 Tropfen Titan(III)-chlorid- oder -sulfatlösung als Reduktionsmittel. Nach 10 min setzt man 0,5 ml 30%iger neutraler Formaldehydlösung zu. Man vermischt erneut und versetzt nach weiteren 10 min mit 1 ml gesättigter Kaliumcarbonatlösung. In die innere Kammer führt man 1 ml 0,025 n Salzsäure ein und verschließt. Nach 2 Std bei Raumtemperatur oder 1 Std bei 40° C titriert man die unverbrauchte Säure mit carbonatfreier 0,025 n Natronlauge gegen Methylrot oder andere Indicatoren mit dem gleichen Umschlagsgebiet zurück. Es muß eine sehr genaue Mikrobürette benutzt werden. 1 ml 0,025 n NaOH-Lösung entspricht 0,35 mg N oder 2,78 mg $(CH_3)_3NO \cdot 2H_2O$. H. Freytag.

Zur Bestimmung von Tryptophan in Proteinen und Lebensmitteln tierischer Herkunft schlagen C. Portner und O. Högl[2] einige Änderungen zu der colorimetrischen Methode nach J. R. Spies und D. C. Chambers[3] vor, so daß dieses Verfahren allgemein anwendbar wird. Die Eichkurve wird nach der Modifikation B des Spies- und Chambers-Verfahrens aufgestellt, jedoch mit folgenden Abänderungen: 1. Die Tryptophanprobe wird nicht in n Natronlauge, sondern in 0,1 n Natronlauge gelöst. Die Lösung ist jeden Tag neu zu bereiten. 2. Gegebenenfalls ist nach Ablesung der Extinktion von neuem 0,1 ml $NaNO_2$-Lösung hinzuzufügen und unter Einrechnung der Verdünnung von neuem abzulesen. (Verwendet wird ein Pulfrich-Photometer, Filter S 61, bei Absorptionsmaximum 619 mμ.) Zur Bestimmung des freien Tryptophans in Lebensmitteln werden Proteine und Polypeptide durch Fällung mittels CCl_3COOH und Filtration abgetrennt. Bei der Beurteilung der Resu tate ist eine gewisse Vorsicht am Platze, da meist niedere Polypeptide mit colorimetriert werden. Es wird im übrigen wie bei der Eichkurvenaufstellung verfahren. Was die Bestimmung des Gesamttryptophans angeht, so ist auch hier die beste Methode zur Dispersion der Probe das Eintragen in 19 n Schwefelsäure nach Spies und Chambers. Die Verf. geben einige Bestimmungen mit Resultaten von Tryptophan *in reinen Proteinen, in Milchprodukten und in Fleischextrakten* an. H. Christensen.

Ein Extrapolationsverfahren zur Bestimmung von Aneurin bei Gegenwart von störenden Substanzen gibt S. J. Prokhovnik[4] an. Hefe- sowie Schokolade-Malzprodukte werden in Mengen von 1 g mit 100 ml salzsaurem Wasser extrahiert. Nach gründlichem Schütteln filtriert man und stellt die Lösung auf 10 mg Substanz/ml ein. Anteile der Lösung werden auf 2,5, 5 und 7,5 mg ml verdünnt. Zwei 1 ml-Anteile von jeder Lösung und auch der Aneurin-Standardlösungen mit 1 und 2 μg/ml

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **6**, 438 (1952). Inst. de Recherches des Pêches Maritimes, Bergen (Norwegen).

[2] Mitt. Gebiete Lebensmitteluntersuch. Hyg. (Bern). **43**, 505 (1952). Lab. Service féd. de l'hyg. publ., Bern (Schweiz).

[3] Analyt. Chemistry **20**, 30 (1948); **21**, 1249 (1949); vgl. diese Z. **130**, 104 (1949).

[4] Analyst (London) **77**, 257 (1952). Nicholas Proprietary, Ltd., South Melbourne (Australien).

pipettiert man in (etwa 150 × 25 mm)-Reagensgläser. Der Reihe nach fügt man 6,00 ml Kaliumchloridlösung (25 g 100 ml), 1,00 ml Quecksilber(II)-chloridlösung (0,8 g 100 ml) und 4,00 ml 0,04 n Natronlauge den Standard- und der Hälfte der Untersuchungsproben zu. Die anderen Untersuchungsproben werden als Blindversuche dem gleichen Verfahren unterworfen, aber die Quecksilber(II)-chloridlösung durch 1,00 ml destilliertes Wasser ersetzt. Alle Reagensgläser stellt man für 15 min in ein Wasserbad von 40° C und fügt ihrem Inhalt nach dem Auskühlen je 12,00 ml Aceton zu. Die Fluorescenz der Lösung mißt man im Fluorimeter nach KLETT mit dem Aneurin-Photozellenfilter und einer Lösung von 0,2 μg/ml Salacrin (1-Methyl-5-aminoacridinhydrochlorid) als Standard. Der scheinbare Aneuringehalt entspricht der Differenz der Fluorimeterablesungen zwischen Untersuchungs- und Blindprobenlösung jeder Verdünnung. Hierauf trägt man den scheinbaren Aneuringehalt je 10 mg Probe gegen die Verdünnungen (2,5, 5,0, 7,5 und 10 mg) auf. Die vier Punkte liegen auf einer Geraden, die man auf die Nullverdünnung extrapoliert, wodurch man die wahre Aneurinkonzentration je 10 mg Probe erhält. H. FREYTAG.

Bei der Vitamin C-Bestimmung mit 2,6-Dichlorphenolindophenol läßt sich nach TH. MARX[1] die Ascorbinsäure durch NaCl stabilisieren. Wenn man das zu untersuchende Material mit festem Natriumchlorid verreibt, erreicht man Plasmolyse der Pflanzenzellen und erfaßt damit die Inhaltsstoffe leichter und vollständiger. Vor dem Verreiben stellt man durch Zugabe einiger Tropfen 50%iger Metaphosphorsäure auf einen p_H-Wert von 2—2,5 ein. Nach dem Verreiben wird der erhaltene Brei mit bidest. Wasser in ein Becherglas übergespült. Die Titration wird in 1—2 min durchgeführt, um ziehende Titrationen zu vermeiden. Nach diesem Verfahren werden meist höhere Werte erhalten als mit der üblichen Sandverreibung[2]. L. ACKER.

2. Auf Handel, Industrie und Landwirtschaft bezügliche Methoden.

Literatur. K. WINNACKER und E. WEINGAERTNER, *Chemische Technologie Bd. 5. Metallurgie und Allgemeines.* 846 Seiten mit 311 Abbildungen und 117 Tabellen. Carl Hanser-Verlag. München 1953. Preis kart. 64,—, Leinen 67,— DM.

Der vorliegende 5. Bd., der das Werk beschließt, aber vor dem 4. Bd. erschienen ist, enthält die Metallurgie und einige allgemeine Kapitel[3]. Die allgemeinen Eigenschaften der Metalle werden hergeleitet aus dem periodischen System und an interessanten Tabellen werden die allgemeinen Methoden der Gewinnung und Verwendung der Metalle erläutert. Das Kapitel Erzaufbereitung behandelt Klassierung, Läutern, Schwerkraft-, pneumatische, elektromagnetische und Flotationsaufbereitung. Klare Skizzen, Stammbaum und Betriebsergebnisse erläutern für Beispiele das Gesagte. Der Abschnitt über Alkalimetalle wird ihrer heutigen Bedeutung gerecht. Es folgen Magnesium, Calcium und Aluminium mit der Herstellung der Vorprodukte und ihrer Verwendung in Legierungen. Das Kapitel „Nichteisen-Schwermetalle" beginnt mit dem Kupfer. Bei dem Nickel sind das ORFORD- und das LANGER-MOND-Verfahren hervorzuheben. Das Hochdruckcarbonyl-Verfahren der BASF ist kurz erwähnt. Blei und Zink sind ausführlich behandelt. Das Kapitel enthält noch Kobalt, Cadmium, Zinn, Antimon, Wismut, Quecksilber, Indium

[1] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **95**, 315 (1952). Biol. Zentr.-Amt f. Land- u. Forstwirtsch., Berlin-Dahlem.

[2] Vgl. auch TH. MARX, Landwirtsch. Forsch. **2**, 229 (1950); vgl. diese Z. **136**, 159 (1952).

[3] Besprechungen der Bände 1—3 vgl. diese Z. **134**, 445 (1951); **135**, 222 (1952).

und Thallium. Sehr wesentlich ist natürlich auch das Kapitel Eisen, beginnend mit den Erzen, Vorbereitung, den Zuschlag- und Brennstoffen. Mit zahlreichen Tabellen und Zeichnungen ist der Abschnitt der Verhüttung ausgestattet, ebenso die Herstellung und das Gießen von Stahl. Es folgen legierte Stähle, Ferro- und Desoxydationslegierungen. Spezielle Stahlveredler und Metallcarbide werden gesondert behandelt. Gemeinsam werden die Edelmetalle besprochen und einige seltene Metalle. Ein umfassendes Kapitel befaßt sich mit dem Oberflächenschutz der Metalle, von der Theorie der Korrosion über die zahlreichen Methoden ihrer Verhütung bis zur Korrosionsprüfung.

Der Abschnitt „Allgemeines" beginnt mit dem Kapitel „Meß- und Regelgeräte", das besonders bei der Besprechung der automatischen Analysenverfahren auch mancherlei für den Analytiker Interessantes enthält. Ein straff und übersichtlich geschriebenes Kapitel behandelt Probleme der Energieversorgung von Chemiebetrieben. Es folgen „Allgemeine Fabrikplanung", „Arbeitssicherheit und Gesundheitsschutz" und Grundzüge des gewerblichen Rechtsschutzes und des Erfinderrechts.

Über die Abgeschlossenheit der einzelnen Kapitel, ihren modernen Stand, ihre reiche Ausstattung mit Skizzen und Tabellen, überhaupt die Ausstattung des Buches ließe sich nur das Gute wiederholen, das bei den ersten Bänden hervorgehoben wurde. O. Sauter.

Die Bestimmung von Sauerstoff in Butadiendämpfen nach der bisherigen amerikanischen Standardmethode (ASTM) [Schütteln der gasförmigen Butadienprobe mit einer frisch zubereiteten wäßrigen Suspension von Mangan(II)-hydroxyd und anschließend jodometrische Titration des gebildeten Mangan(IV)-hydroxydes] ergibt, wie G. W. Taylor und D. S. Alexander[1] durch Vergleichsanalysen mit einem Massenspektrometer feststellten, zu niedrige Werte. Nach der Abänderung einiger Analysenbedingungen (Erhöhung der Menge an 1%iger $MnCl_2$-Lösung von 25 ml auf 75 ml, Ausdehnung der Schüttelzeit von 10 auf 15 min, außerdem Übergang vom manuellen zum mechanischen Schütteln und Anwendung einer Eichkurve) gibt die modifizierte Methode zuverlässige Werte für Sauerstoffkonzentrationen bis zu 4 Vol%. *Arbeitsvorschrift.* Das Reaktionsgefäß (Erlenmeyer-Kolben mit eingeschliffenem Hahntrichter und seitlichem Hahnrohr) wird getrocknet und dann auf 1 mm Hg-Druck evakuiert. Die zu untersuchende Butadienprobe wird durch den seitlichen Ansatz eingeleitet und 5 min lang durch den Apparat strömen gelassen. Nach Temperaturausgleich und Ablassen etwaigen Überdruckes läßt man aus dem Hahntrichter 75 ml $MnCl_2$-Lösung (15 g Hydrat je 1000 ml) und 15 ml 10%ige Natronlauge zufließen und schüttelt die Flasche 15 min mechanisch. Hierauf setzt man 10 ml 10%iger KJ-Lösung und 25 ml Schwefelsäure (1:1) zu, mischt, ohne zu schütteln, entfernt den Trichteraufsatz, verdünnt mit 150 ml sauerstofffreiem dest. Wasser und titriert das freigewordene Jod mit 0,1 n Thiosulfatlösung. Außerdem ist ein Blindwert zu bestimmen, wobei der Apparat vorher mit Stickstoff gespült wird. Die erhaltenen Werte werden dann noch an Hand von Eichkurven korrigiert.

H. Schmidt.

Zur Bestimmung kleiner Mengen p-tert.-Butylbrenzcatechin in Butadien entwickelten G. G. Campbell und Shirley A. Tacker[2] ein ultraviolettspektrophotometrisches Verfahren, das ebenso genau ist wie das übliche colorimetrische Bestimmungsverfahren auf Grund der Eisenchloridreaktion, das mitunter versagt. *Ausführung.* Zur Eichung löst man 0,250 – 0,002 g reines p-tert.-Butylbrenzcatechin

[1] Analyt. Chemistry **24**, 1083 (1952). Polymer Corp., Ltd., Sarnia, Ontario (Canada).

[2] Analyt. Chemistry **24**, 1090 (1952). Phillips Chem. Co., Borger, Texas (USA).

in 10 ml 95%igem Alkohol und füllt mit Wasser in 250 ml-Meßkolben zur Marke auf. Steigende Mengen dieser Testlösung (1–5 ml entsprechen 10–50 μg) werden im 100 ml-Meßkolben mit Wasser verdünnt und gegen Wasser bei 279 mμ in 10 mm-Quarzküvetten im Beckman-Spektrophotometer Mod. DU bei konst. Schlitzbreite gemessen. Die Konzentration wird auf die Einheitsabsorption 1,000 umgerechnet. Etwa 30 g flüssiges Butadien werden aus einer Metallbombe in einen ERLENMEYER-Kolben gegeben, der durch eine Trockeneis-Acetonmischung gekühlt ist. Die Bombe wird möglichst genau vor- und zurückgewogen. Dann läßt man in einem gutziehenden Abzug den Kohlenwasserstoff verdampfen. Der Rückstand wird zur Auflösung nacheinander mit vier 20 ml-Anteilen Wasser behandelt, worauf man die Lösung in einen 100 ml-Meßkolben filtriert, zur Marke auffüllt, und die Absorption bei der gewählten Wellenlänge und Schlitzbreite gegen Wasser mißt. Man findet den Butylbrenzcatechingehalt in μg ml^{-1} zu $100\,AK\,W^{-1}$. In der Formel bedeuten A die gemessene Absorption der Probelösung, K die auf μg ml berechnete Butylbrenzkatechinkonzentration bezogen auf die Absorption 1,000, W die Einwaage des Butadiens in Gramm. Synthetische Gemische aus Butadien mit verschiedenen p-tert.-Butylbrenzcatechinzusätzen wurden nach der neuen Methode und dem Standard-Eisenchloridverfahren untersucht. Die Werte stimmen sehr befriedigend überein. H. POHL.

Zur Cyanidbestimmung in Rauchgasen und Abwasser beschreiben F. B. FISHER und J. S. BROWN[1] ein colorimetrisches Verfahren, das auf der Reduktion von Natriumpikrat durch Cyanid beruht. 1 Teil Cyanid in 1 Million Teilen Lösung kann auf 2% genau erfaßt werden. Störungen durch Sulfide und Schwefeldioxyd werden durch geeignete Maßnahmen beseitigt. Für die Messung wurde ein Beckman-Spektrophotometer Mod. DU verwendet. *Ausführung.* Zur Aufstellung der Eichkurve verdünnt man 10–100 ml der KCN-Testlösung (0,1 mg HCN/ml) auf 100 ml und pipettiert von jeder dieser Lösungen 5,0 ml in trockene 100 ml-Meßkolben. Als Blindwert nimmt man 5 ml dest. Wasser und gibt zu allen 5 Proben 5 ml 0,5 m Natriumcarbonatlösung, danach 5 ml 1%ige Pikrinsäurelösung zu und setzt die Lösung unmittelbar darauf 5–0,5 min in kochendes Wasser. Die Erhitzungszeit und das Reaktionsvolumen von 15 ml sind für die gute Reproduzierbarkeit der Meßwerte wichtig. Nach dem Kühlen unter fließendem Wasser füllt man zur Marke auf und photometriert in 10 mm-Küvetten bei 520 mμ innerhalb von 30 Std nach Farbentwicklung. Die Färbung gehorcht dem LAMBERT-BEERschen Gesetz. Die zu prüfende alkalische cyanhaltige Probe (1—5 mg CN) wird in die modifizierte REDEMAN-Mikrodestillationsapparatur gegeben und mit einigen Tropfen Methylrotindicator versetzt. Die Vorlage wird mit 25 ml 4 m Na_2CO_3-Lösung beschickt. Man erhitzt bis zum schwachen Sieden und leitet dann Dampf aus dem Generator ein. Wenn die Carbonatlösung im Kühler hochzusteigen beginnt, wird aus dem Tropftrichter solange 2 m Schwefelsäure zugegeben, bis die Lösung gegen Methylrot deutlich sauer reagiert. Die Wasserdampfdestillation wird fortgesetzt, bis etwa 75 ml überdestilliert sind. Man füllt das Destillat im 100 ml-Meßkolben auf, entnimmt 10 ml in einen trockenen 100 ml-Meßkolben und verfährt wie bei der Eichkurvenaufstellung angegeben. Wenn Sulfite in der Lösung enthalten sind, müssen diese im alkalischen Medium mit einem Überschuß an Kaliumchromat zu Sulfat oxydiert werden. Bei Anwesenheit von Sulfiden titriert man die alkalische Probe im Eisbad mit 4 n Salzsäure gegen p_H-Papier bis auf p_H 2, dann fügt man solange gesättigte Bleiacetatlösung zu, bis alle Sulfide restlos ausgefällt sind. Anschließend führt man wie beschrieben die Destillation durch. H. POHL.

[1] Analyt. Chemistry **24**, 1440 (1952). Union Oil Co. of California, Brea, Calif. (USA).

Für die rasche Bestimmung von Natriumborhydrid ($NaBH_4$) entwickeln D. A. Lyttle, E. H. Jensen und W. A. Struck[1] eine volumetrische Methode, die darauf beruht, daß mit einem Überschuß an KJO_3 oxydiert und das nicht verbrauchte Jodat zurücktitriert wird. Das Natriumborhydrid kann entweder in alkalischer Lösung oder auch in fester Form zur Jodatlösung gegeben werden. Im letzten Fall muß aber der Jodatlösung vorher Alkali zugesetzt werden, da sich das Hydrid in wäßriger Lösung rasch zersetzt. Damit die Umsetzung quantitativ verläuft, ist ein großer Überschuß an Jodat notwendig. Zur Gehaltsbestimmung von käuflichem $NaBH_4$ werden 20—25 mg in 25 ml 0,5 n Natronlauge gelöst, anschließend mit 35 ml einer 0,25 n KJO_3-Lösung versetzt und 30 sec lang kräftig umgeschüttelt. Nach dem Hinzufügen von 2 g KJ säuert man mit 20 ml 4 n H_2SO_4 an, läßt 2—3 min im Dunkeln stehen und titriert dann das ausgeschiedene Jod mit 0,1 n $Na_2S_2O_3$-Lösung. Da $NaBH_4$ hygroskopisch ist, muß man beim Abwägen usw. entsprechende Vorsicht walten lassen. Nach der Gleichung $BH_4^- + 3\,H_2O = H_2BO_3^- + 8\,H^+ + 8e$ ist das Äquivalentgewicht von $NaBH_4$ $^1/_8$ seines Molekulargewichts. — Die gefundenen Werte sind um ein geringes höher als die Werte, die durch Messen des beim Ansäuern entwickelten Wasserstoffs erhalten werden; die neue Methode ist rascher und mit einfacheren Mitteln durchzuführen als das gasvolumetrische Verfahren. G. Denk.

Die Analyse von hoch hydratisiertem dolomitischem Kalk, der als Hauptbestandteile die Oxyde und Hydroxyde, als Nebenbestandteile die Carbonate und Sulfate von Calcium und Magnesium enthält, wird so durchgeführt, daß man die auf das Carbonat und Sulfat entfallende Calciummenge von dem Gesamtgehalt abzieht und den Rest als $Ca(OH)_2$ berechnet. Vom Gesamtwassergehalt werden das ungebundene Wasser (bei 120° C entweichend) und der auf Calcium entfallende Teil abgezogen. Der Rest wird als $Mg(OH)_2$ und das noch verbleibende Magnesium wird als MgO berechnet. Da die Kenntnis der richtigen Zusammensetzung der Materialien, besonders der Verteilung des Wassers zwischen Calcium und Magnesium von erheblicher technischer Bedeutung ist, stellten G. L. Clark und R. S. Sprague[2] eingehende Untersuchungen über die Berechtigung der angegebenen Art der Analysenberechnung an. Es wurden 5 Proben von hydratisiertem dolomitischem Kalk verschiedener Herkunft vergleichend nach verschiedenen unabhängigen Methoden geprüft, und zwar durch Aufnahme der Röntgenpulverdiagramme, durch Anwendung von drei verschiedenen Arten der thermochemischen Analyse und durch direkte $Ca(OH)_2$-Bestimmung nach dem gravimetrischen Lösungsverfahren in Zuckerlösung und dem jodometrischen Titrationsverfahren. Die Ergebnisse aller dieser Verfahren stimmen gut, zum Teil sehr gut sowohl untereinander als auch mit den Ergebnissen der oben angegebenen Berechnungsmethode überein, so daß damit die Berechtigung des letzten Verfahrens als erwiesen angesehen werden kann. H. Zellner.

Zur Mikrobestimmung von Magnesium in Pflanzenmaterial empfiehlt J. Davidson[3] die Oxinfällung mit anschließender Messung der Lichtabsorption des Komplexes in saurer Lösung bei 358 mμ. Magnesiummengen von 20—200 μg können in 1—4 ml Lösung mit einer Genauigkeit von ± 1 μg erfaßt werden. Mangan muß vor der Mg-Bestimmung entfernt werden. Bis zu 2,5 mg Phosphat, bis 3 mg Oxalat stören nicht; größere Mengen ergeben zu kleine Magnesiumbefunde. — *Ausführung.*

[1] Analyt. Chemistry **24**, 1843 (1952). The Upjohn Co., Kalamazoo, Mich. (USA).

[2] Analyt. Chemistry **24**, 688 (1952). Univ. Urbana, Ill., und Harvard Univ., Cambridge, Mass. (USA).

[3] Analyst (London) **77**, 263 (1952). Rowett Res. Inst., Aberdeen, Schottland.

2 g Pflanzenmaterial, die 1—10 mg Mg enthalten sollen, werden in einer kleinen Quarzschale bei 500—540° C verascht. Die weiße, höchstens schwach graue Asche wird in der bedeckten Schale mit 10 ml n Salzsäure 30 min auf dem Dampfbad erhitzt. Nach Zusatz von 5 ml 50%iger (Gew. Vol.) Natriumacetatlösung und 0,5 ml gesätt. Bromwasser dampft man auf 5 ml ein, filtriert vom Niederschlag in einen 100 ml-Meßkolben, wäscht den Niederschlag sorgfältig mit heißem Wasser und füllt das Filtrat nach dem Abkühlen zur Marke auf. Eine 20—200 μg Mg enthaltende Menge der Flüssigkeit (4 ml oder weniger) wird auf 4 ml verdünnt und gleichzeitig mit einer Blindprobe von 4 ml Wasser in 15 ml fassenden konischen Zentrifugierröhrchen mit 0,5 ml 0,1 n Ammoniumoxalatlösung versetzt, 30 min in siedenden Wasserbad erhitzt und dann über Nacht bei Raumtemperatur belassen. Nach 5 min langem Zentrifugieren überträgt man die überstehende Flüssigkeit in ein zweites 15 ml-Zentrifugenglas, wäscht den Niederschlag zweimal mit je 1 ml Wasser und versetzt die vereinigten Lösungen mit 0,5 ml frisch bereiteter 0,5%iger Oxinlösung in 2 n Essigsäure und hierauf mit 2 ml konz. Ammoniak (D 0,880). Nachdem man die Röhrchen zur Vermeidung von Verdampfungsverlusten mit Gummistopfen verschlossen hat, durch die ein Capillarrohr (1 mm $\varnothing$) gesteckt ist, erhitzt man 30 min lang im Wasserbad auf 80 ± 2° C, setzt dann 0,1%ige „Teepol"-Lösung in 50%igem Äthanol als Ausflockungsmittel zu und zentrifugiert. Die überstehende Flüssigkeit wird mit einem Glasrohr mit feiner umbogener Spitze abgehebert, der Niederschlag einmal mit 10 ml 1%iger Lösung von konz. Ammoniak in Alkohol gewaschen und unter Zusatz von Teepol zentrifugiert. Nach sorgfältigem Abhebern der überstehenden Waschflüssigkeit löst man den Niederschlag in 1 ml 0,1 n Salzsäure, ergänzt im 15 ml-Meßkolben mit Wasser zur Marke und photometriert in 1 cm-Küvetten bei 358 mμ gegen Blindlösung. Die Eichkurve wird mit 1—8 ml Magnesiumsulfatlösung (0,1250 g $MgSO_4 \cdot 7\ H_2O$ = 5 ml n Salzsäure in 500 ml) unter den gleichen Bedingungen aufgestellt. H. Pohl.

Zum Nachweis von Harnstoff in Futtermitteln als der Hauptquelle des Nichtprotein-Stickstoffs verfahren G. L. Baker und L. H. Johnson[1] so, daß sie mit Urease Ammoniak freisetzen, den sie dann mit Nesslers Reagens nachweisen. Zu 0,3—0,5 g der Probe gibt man in einem Zentrifugenglas 10 ml dest. Wasser und 10 mg Urease, schüttelt kräftig um und zentrifugiert 20 min lang. 1 ml der überstehenden Lösung wird mit 10 ml Wasser verdünnt, worauf man 3—5 Tropfen Nesslers Reagens (0,5 Mol KOH, 1 Mol KJ, 0,5 Mol HgJ_2 in 500 ml Wasser) zugibt. Bei Anwesenheit von Harnstoff tritt rotbrauner Niederschlag oder rotbraune Färbung auf. 0,5% Harnstoff sind auf diese Weise noch gut zu erkennen. L. Acker.

Zur Bestimmung von Salz (NaCl) in sulfidhaltigem Rohöl nach Mohr oxydiert M. Brooke[2] den Sulfidschwefel zuvor mit Wasserstoffperoxyd. 100 ml Rohöl werden in einem 500 ml-Scheidetrichter mit 100 ml Benzol und 25 ml Aceton gemischt und 3—5 mal mit je 100 ml heißem, destilliertem Wasser 5 min ausgeschüttelt, wobei die Schichtentrennung jedesmal durch Zusatz von 25 ml Aceton befördert wird. Die vereinigten, wäßrigen Lösungen macht man in einem Erlenmeyer mit n Natronlauge gegen Phenolphthalein eben alkalisch, fügt 10—20 ml 30%iges Wasserstoffperoxyd hinzu, schwenkt 1—2 min lang um, entfärbt die Lösung dann mit 0,1 n Schwefelsäure, setzt 5 ml 5%ige Kaliumchromatlösung zu und titriert wie üblich mit 0,05 n Silbernitratlösung. W. Schmieden.

[1] Analyt. Chemistry **24**, 1625 (1952). Montana State Coll. Agric. Exper. Station., Bozeman, Mont. (USA).

[2] Chemist-Analyst **41**, 9 (1952). P. O. Box 379. Old Ocean, Texas (USA).

Schädlingsbekämpfungsmittel. *Zur colorimetrischen Bestimmung des Acaricids p-Chlorphenyl-p-chlorbenzolsulfonat (Handelsname K-6451)* nach A. H. Kutschinski und E. N. Luce[1] wird die Verbindung mit alkoholischer Lauge hydrolysiert und das entstandene p-Chlorphenol nach der Methode von S. Gottlieb und P. B. Marsh[2] mit 4-Aminoantipyrin und Kaliumferricyanid in ein rotes Derivat übergeführt. Das Verfahren eignet sich für die Bestimmung von K-6451 in *Spritzrückständen auf Früchten.* Bekannte Mengen des Stoffes konnten nach Abwaschen der Früchte zu durchschnittlich 97% wiedergefunden werden. Die Spritzrückstände im Herbst betragen im übrigen je nach den Anwendungsbedingungen 0,1—18 Teile auf 1 Million Teile Substrat. Störende Faktoren bei der Methode sind alle wasserdampfflüchtigen Phenole, die mit 4-Aminoantipyrin reagieren. — *Arbeitsvorschrift.* Etwa 30 Früchte werden mit einer hinreichenden Menge (500—1000 ml) Benzol im geschlossenen Gefäß 5 min geschüttelt. Von den durch Filtrieren oder Stehenlassen geklärten Lösungen pipettiert man Anteile, die höchstens 3,5 mg Wirkstoff enthalten, in einen 250 ml-Rundkolben, dampft auf dem Wasserbad mit einem Luftstrom vorsichtig nur eben zur Trockne, fügt 10 ml 0,1 n alkoholischer Kalilauge zu, bedeckt mit einem Uhrglas, kocht auf dem Wasserbad wenigstens 3 min und dampft dann mit Hilfe eines Luftstromes zur Trockne. Nach Zufügen von 15 ml Schwefelsäure (1 Vol + 1 Vol Wasser) wird mit Wasserdampf destilliert (Glasschliffverbindung), bis sich 90 ml in einem vorgelegten 100 ml-Meßkolben gesammelt haben. Der Kühler wird mit 2 ml 1 n Natronlauge ausgespült, der Meßkolben sodann mit Wasser aufgefüllt. Die Lösung filtriert man durch engporiges Sinterglas, pipettiert dann 10 ml in ein 50 ml-Becherglas, fügt 0,1 ml 2,5%ige Natriumcarbonatlösung zu und bringt mit p_H-Meter, 1 n Salzsäure und 0,1 n Natronlauge auf p_H 10,5—10,6. Nach quantitativem Überführen in einen 25 ml-Meßkolben gibt man 0,5 ml 2%ige wäßrige 4-Aminoantipyrinlösung zu und füllt mit 0,025%iger Natriumcarbonatlösung auf. Dann gibt man 0,25 ml 8%ige Kaliumferricyanidlösung zu, läßt 5 min im Dunkeln stehen und mißt die Absorption bei 500 mμ in der 1 cm-Küvette eines Spektrophotometers. Die Eichkurve wird mit reinem K-6451 vom Smp. 86,5—86,8° C (nach Umkrist. aus Benzol) angelegt. Treten bei unbehandelten Früchten gleicher Art Blindwerte auf, so sind die Ergebnisse entsprechend zu korrigieren.

Für die Bestimmung des Herbicids 3-(p-Chlorphenyl)-1,1-dimethylharnstoff, auch CMU genannt, haben W. K. Lowen und H. M. Baker[3] Makro- und Mikromethoden entwickelt. Die Ultraviolett-Absorption bei 247 mμ ermöglicht Makrobestimmungen von CMU mit einem mittleren Fehler von 1,7%. Genauer sind Verfahren, die auf der Bestimmung des hydrolytisch abgespaltenen Dimethylamins beruhen. Die Hydrolyse kann mit Alkali in 3,5 Std (einschließlich Abdestillieren des Amins) durchgeführt werden, wohingegen die saure Hydrolyse mindestens 13 Std erfordert. Mittlerer Fehler beider Verfahren ist 0,28 bzw. 0,21%. Die Alkalimethode hat jedoch in größerem Maße mit störenden Faktoren (Ammonium- und Aminsalzen, flüchtigen Basen) zu rechnen als die Säuremethode. *Makrobestimmung* (Säureverfahren). Eine Probe von 0,7—0,9 g wird in einem 250 ml-Schliff-Erlenmeyer mit 50,00 ml 0,2 n Schwefelsäure über Nacht (16—17 Std) am Rückflußkühler gekocht. Den Kolbeninhalt überführt man unter Nachspülen auch des Kühlers zuerst mit Wasser, dann mit etwas Äthanol in einen 250 ml-Becher. Die überschüssige Säure wird mit 0,15 n Natronlauge potentiometrisch zurücktitriert. 1 ml n Säure entspricht 0,1986 g CMU.

[1] Analyt. Chemistry **24**, 1188 (1952). Dow Chemical Co., Midland, Mich. (USA).
[2] Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **18**, 16 (1946).
[3] Analyt. Chemistry **24**, 1475 (1952). Grasselli Chem. Dep., E. J. du Pont de Nemours & Co., Inc., Wilmington, Del. (USA).

— *Mikrobestimmung I von 4–100 µg nach saurer Hydrolyse.* Die Probe wird in höchstens 5 ml Alkohol gelöst und mit 6 ml etwa 4 n Salzsäure in einem 25 ml-Meßkolben am eingeschliffenen Luftkühler 16 Std auf der Heizplatte gekocht. Man verdünnt sodann auf 20 ml mit dest. Wasser, fügt 1 ml 1%ige Natriumnitritlösung (täglich frisch bereiten), nach 15 min 1 ml 10%ige wäßrige Amidosulfonsäurelösung, nach weiteren 15 min 1 ml 2%ige wäßrige Lösung von N-(1-Naphthyl)-äthylendiamindihydrochlorid (täglich frisch bereiten) hinzu. Nach dem Auffüllen und nach 15 min Wartezeit wird die Extinktion im Spektrophotometer bei 560 mµ (Grünfilter) gegen eine Blindlösung gemessen. Die Eichkurve legt man mit p-Chloranilin an; auf CMU wird mit dem Faktor 1,56 umgerechnet. *Mikrobestimmung II nach alkalischer Hydrolyse.* Die Probe wird in einem 200 ml-Schliffkolben mit 50 ml 15%iger Natronlauge 30 min unter Rückfluß gekocht. Dann destilliert man das gebildete Dimethylamin am absteigenden Kühler in einen Scheidetrichter, der 5 ml etwa 0,1 n Salzsäure enthält. Man bricht ab, wenn 15 ml Wasser übergegangen sind, fügt 2 ml Kupferreagens (s. u.), danach 5 ml 5%ige Lösung von Schwefelkohlenstoff in Chloroform zu, erwärmt 2 min in Wasser von 50° C, verstopft, schüttelt 30 sec kräftig, gibt 1 ml 30%ige Essigsäure zu und schüttelt wiederum 30 sec. Die Chloroformschicht wird durch einen Wattepfropf in die 1 cm-Küvette eines lichtelektr. Colorimeters filtriert und hinter einem Blaufilter gemessen. Die Eichkurve wird mit Dimethylamin aufgestellt. Der Umrechnungsfaktor auf CMU beträgt 4,41. Bereitung des Kupferreagenses: Eine Lösung von 20 g Ammoniumacetat und 0,2 g Kupfersulfat in 30 ml Wasser gibt man zu einer Lösung von 10 g Natriumhydroxyd in 25 ml Wasser, fügt 20 ml konz. Ammoniaklösung zu und füllt auf 100 ml auf. Gummistopfen sind zu vermeiden.

Extraktion von CMU-Spuren aus behandelten Böden. 200 g lufttrockener, in einer Kugelmühle oder einem Mörser homogenisierter Boden werden in einem 500 ml-Becherglas mit 150 ml einer Mischung aus 90 Raumteilen redest. Acetonitril und 10 Raumteilen Eisessig mittels Glasflügelrührers 7–10 min gerührt. Man filtriert die Suspension durch eine Sinterglasnutsche unter leichtem Saugen, spült 2–3 mal mit je 30 ml des Extraktionsgemisches nach, bringt den Filterkuchen in das Becherglas zurück und wiederholt Extraktion, Filtrieren, Waschen dreimal. Die vereinten Filtrate werden in einem 1 l-Becherglas auf dem Wasserbad fast zur Trockne gedampft, der Rückstand wird mit möglichst wenig Chloroform in einen 50 ml-Meßkolben gebracht und das Chloroform auf dem Wasserbad vollständig verdampft. Man hydrolysiert durch 16stündiges Kochen mit 6 ml 4 n Salzsäure am Rückfluß, spült die Lösung mit etwas 0,5 n Salzsäure in einen Scheidetrichter und extrahiert darin 2 mal mit je 10 ml Chloroform zur Entfernung störender Färbungen und Trübungen. Nach Überführung der sauren Lösung in einen 25 ml-Meßkolben kann wie unter Mikrobestimmung I diazotiert und weitergearbeitet werden. Für jeden Bodentyp bestimmt man den Anteil CMU, der sich wiedergewinnen läßt, in besonderen Versuchen; er bewegt sich zwischen 53 und 91%. W. Fischer.

Zur Bestimmung von technischem Hexachlorcyclohexan in Erdnüssen und im Boden beschreibt I. Hornstein[1] eine von M. S. Schechter und I. Hornstein[2] entwickelte Methode. Durch Dehalogenierung von Hexachlorcyclohexan erhält man Benzol, das durch nachfolgende Nitrierung in m-Dinitrobenzol übergeführt wird. Nach Umsetzung von Dinitrobenzol mit Methyläthylketon in Gegenwart von Alkali entsteht ein violettroter Farbstoff, den man photometrisch messen kann. *Ausführung.* Von feinst zerkleinerten ungerösteten *Erdnüssen* wägt man eine Probe

[1] Analyt. Chemistry **24**, 1036 (1952). Agricult. Res. Administr., U.S. Dep. of Agric., Beltsville, Md.

[2] Analyt. Chemistry **24**, 544 (1952); vgl. diese Z. **139**, 307 (1953).

mit einem Gehalt von etwa 50—100 μg Hexachlorcyclohexan in einen ERLENMEYER-Kolben von 300 ml Inhalt, fügt 90 ml doppelt destilliertes Methylenchlorid hinzu und rührt die Mischung 30 min magnetisch. Danach saugt man die Suspension über eine Filternutsche ab und wäscht den Rückstand mit 50 ml Methylenchlorid. Aus dem klaren Filtrat verdampft man den größten Teil des Lösungsmittels, versetzt die eingeengte Lösung mit 100 ml Essigsäure und destilliert zur Entfernung von Methylenchloridresten etwa 20 ml der Flüssigkeit im Ölbad ab. Nach Abkühlen der Mischung fügt man 8 g Zinkstaub und 5 g Malonsäure hinzu und verfährt weiter nach SCHECHTER und HORNSTEIN[2]. *Bodenuntersuchung.* Von der zu untersuchenden Bodenprobe wägt man eine Menge mit einem Gehalt von 50—100 μg Hexachlorcyclohexan in einen ERLENMEYER-Kolben von 300 ml Inhalt, übergießt mit 75 ml Eisessig und rührt die Mischung 30 min auf einem magnetischen Rührwerk bei Zimmertemperatur. Die Suspension wird über eine Glasfilternutsche abgesaugt, der Rückstand mit Essigsäure gewaschen und das klare Filtrat wie vorstehend beschrieben untersucht. B. SCHÜHLEIN.

Ein Verfahren zur Bestimmung der Thioglykolsäure in Gegenwart von Sulfit, Thiosulfat und Sulfid, das für die Analyse sogenannter *Kaltdauerwellpräparate* (zur Dauerwellung von Haaren) besondere Bedeutung besitzt, wurde von F. BUCCI[1] ausgearbeitet. Die neue Methode beruht auf der Ausfällung des Sulfits und eines Teils des Thiosulfats als Bariumsalze. Im Filtrat fällt man mit überschüssigem Silbernitrat das restliche Thiosulfat, ferner Sulfid und Thioglykolat. Das Silberthiosulfat zersetzt sich rasch unter Bildung von Silbersulfid. Aus dem Gemisch von Silbersulfid und -thioglykolat setzt man die Thioglykolsäure mit Salzsäure von solcher Konzentration in Freiheit, daß das Sulfid unverändert bleibt. Die freie Thioglykolsäure wird wie üblich jodometrisch ermittelt. — *Ausführung.* In einer gemessenen Menge der zu untersuchenden Lösung bestimmt man zunächst die zur Neutralisierung gegen Lackmus(papier) erforderliche Menge Essigsäure (oder Ammoniak) und dann die zur vollständigen Fällung notwendige Menge gesättigter Bariumnitratlösung, die man portionenweise bis zum Ausbleiben weiterer Trübung zugibt. Die erhaltene Flüssigkeit neutralisiert man neuerlich tropfenweise unter Zählung der Tropfen mit verdünnter Essigsäure oder verdünntem Ammoniak. Im Filtrat muß sich außerdem Barium nachweisen lassen. — Zur eigentlichen Analyse gibt man die gleiche Menge Probelösung, je nach der vermutlichen Thioglykolsäurekonzentration, in einen 50 oder 100 ml-Meßkolben und fügt nacheinander unter Umschütteln genau die festgestellten Mengen Essigsäure oder Ammoniak sowie gesättigter Bariumnitratlösung zu, füllt mit Wasser zur Marke auf und filtriert. In einem aliquoten Anteil des Filtrats läßt sich, falls Thiosulfat und Sulfid abwesend sind, nach Zugabe von 0,5 ml verdünnter Salzsäure die Thioglykolsäure ohne weiteres mit Jodlösung titrieren. Liegen jedoch noch andere reduzierende Verbindungen vor, so isoliert man Thioglykolsäure als Silbersalz, indem man einen aliquoten Teil des Filtrats in einem 50 ml-Zentrifugierglas mit 1—2 Tropfen sehr verdünnter Salpetersäure (bis zur schwach sauren Reaktion) und dann nach und nach mit einer 2,5%igen Silbernitratlösung versetzt, bis sich kein Niederschlag mehr bildet. Man zentrifugiert, wäscht mit Wasser zur Entfernung des größten Teiles des Silbernitratüberschusses, versetzt dann mit 5 ml Salzsäure (1:1) und überträgt die Lösung in einen 50 ml-Meßkolben, wobei das Fällungsgefäß mit 2—3 ml verdünnter Salzsäure (1:3) mehrmals ausgewaschen wird. Mit der gleichen Säure wird aufgefüllt. Man schüttelt kräftig mehrmals um, filtriert, verdünnt 40 ml des Filtrats mit dem gleichen Volumen Wasser und titriert. Sämtliche Operationen sind schnell durchzuführen, um die Oxydation der Thioglykol-

[1] Ann. Chimica **42**, 193 (1952). Ist. Sup. di Sanità, Rom.

säure durch den Luftsauerstoff möglichst zu verhindern. Aus diesem Grunde ist das Zentrifugieren dem ebenfalls möglichen Filtrieren des ersten Silberniederschlages vorzuziehen. H. Freytag.

Zur Bestimmung von Sulfaten im Fällungsbad bei der Herstellung von Viskoseseide werden von S. G. Zelikman, S. P. Makareva und A. B. Pakšver[1] verschiedene potentiometrische Titrationsmethoden empfohlen. Bei *chloridhaltigen Bädern* ist es zweckmäßig, mit 1 n Bariumchloridlösung in Gegenwart von Wasserstoffperoxyd und Methanol zu titrieren. Auf 10 ml neutralisierte Badlösung werden 0,2 ml 10%ige Wasserstoffperoxydlösung und 10 ml Methanol genommen. Die Abweichung gegenüber der gewichtsanalytischen Methode beträgt 5%. *In Abwesenheit von Chloriden* kann mit Erfolg die Methode von N. I. Schukov und C. G. Raichinstein angewandt werden, welche auf der Titration mit Bleinitrat in Gegenwart einer Ferro-Ferricyanidelektrode als Indicatorelektrode und einer Platinelektrode (7,5 × 5,5 mm) beruht. Man titriert 10 ml 100fach verdünnte neutralisierte Badlösung mit 0,1 n Bleinitratlösung unter Zugabe eines Gemisches von 0,7 ml 0,1 m $K_3Fe(CN)_6$-Lösung, 0,07 ml 0,0025 m $K_4Fe(CN)_6$-Lösung und 15 ml Methanol. Die Elektrode wird nach jeder Titration mit feuchtem Sodapulver abgerieben, mit Wasser gewaschen, 5 min in Salzsäure (1 : 1) und 5 min in Dichromatgemisch eingetaucht und gut mit Wasser abgespült. Der Galvanometerausschlag ist bei der Titration mit Bleinitratlösung im Äquivalentspunkt bedeutend stärker (etwa 500 mV/ml) als bei der Titration mit Bariumchlorid. Die Abweichung gegenüber der gewichtsanalytischen Methode beträgt − 0,5 bis + 1,0%. A. Trofimow.

3. Auf Pharmazie bezügliche Methoden.

Für die Identifizierung von einigen neuen Arzneimitteln auf mikrochemischem Wege zieht F. Amelink[2] die charakteristischen Kristallformen heran, die sich mit bekannten Fällungsmitteln wie Mercurichlorid, Reagens nach Dragendorf-Amelink, Pikrinsäure, Pikrolonsäure, Jodwasserstoffsäure, Platinchlorid, Essigsaureanhydrid und dergleichen bilden. Abbildungen dieser Kristallformen sind im Original beigefügt. Folgende Arzneimittel wurden untersucht: *p- und m-Aminosalicylsäure, d-Amphetamin, Methadon, Nicotinsäure und Isonicotinsäure, Isonicotinsäurehydrazid und Nicotyrin.* L. Acker.

Für die Bestimmung von Zink in Medikamenten empfehlen J.-A. Gautier und E. Leroi[3] die bekannte *Titration mit Komplexon III-Lösung* unter Verwendung von Eriochromschwarz T als Indicator. Die Grundlagen des Verfahrens werden ausführlich beschrieben. *Bestimmung in anorganischen Medikamenten (Zinkoxyd, Zinkperoxyd, Zinkphosphat).* Man löst die Probe in Salzsäure, wenn nötig unter Erwärmen und kann dann sofort wie üblich titrieren. Wasserstoffperoxyd (aus Zinkperoxyd) muß vor der Titration nicht zerstört werden. Auf die gleiche Art wird Zink in *wasserlöslichen organischen Verbindungen (Acetat, Propionat, Valerat, Salicylat, Phenolsulfonat)* bestimmt. Von *Zinkstearat* löst man 200 mg in 20 ml Äthanol unter Zufügen von einigen Tropfen Salzsäure. Man macht dann mit Ammoniak tropfenweise alkalisch (p_H 10), fügt 2 ml Pufferlösung[4] zu, worauf

[1] Zavodskaja Laborat. (Betriebslab.) **16**, 1053 (1950) [Russisch]. Allunions wiss. Forsch.-Inst. für synth. Faser.

[2] Pharmac. Weekbl. **87**, 821 (1952) [Holländisch].

[3] Ann. pharmac. franç. **10**, 657 (1952). Fac. de Pharm. Paris.

[4] Vgl. z. B. diese Z. **137**, 454 (1952).

sich der Niederschlag löst, verdünnt mit 20 ml Wasser und titriert. – Für *galenische Präparate* (welche Procain, Cocain usw. enthalten) kann die letzte Arbeitsweise ebenfalls angewandt werden. Wenn sich die organische Verbindung nach Neutralisation mit Ammoniak in der Pufferlösung löst, kommt man auch ohne Alkoholzusatz aus. Aus *Pomaden* mit ZnO oder ZnO_2 entfernt man den organischen Teil zunächst mit einem passenden organischen Lösungsmittel und führt die Zinkbestimmung in dem unlöslich gebliebenen Rückstand nach Auflösen in Salzsäure aus. H. Christensen.

Zum Nachweis von Arsen in Wismutverbindungen empfehlen J. A. C. van Pinxteren und G. Schallenberg-Heertjes[1] folgende Arbeitsweise: Von einer organischen Verbindung werden 0,2 g mit 0,2 g Magnesiumperoxyd verascht, um eine Reduktion zu metallischem Arsen zu verhindern. Der Rückstand wird mit 3 ml einer salzsauren Zinn(II)-chloridlösung, 3 ml Wasser und etwas Zinkgranulat versetzt und der Arsenwasserstoff auf Quecksilber(II)-chloridpapier nachgewiesen. Die Nachweisempfindlichkeit beträgt 1 μg Arsen in 0,2 g einer Wismutverbindung. H. Sperlich.

Eine UV-spektrophotometrische Methode zur Unterscheidung und Bestimmung von Barbituraten entwickelt L. R. Goldbaum[2]. Das Verfahren beruht auf der Beobachtung, daß substituierte Barbiturate in ätzalkalischer Lösung einerseits und in einer Lösung von p_H 10 andererseits verschiedene charakteristische Absorptionsbanden haben, die zwei Resonanzformen zuzuordnen sind. In der NaOH-Lösung treten Maxima bei 255 mμ und Minima bei 235 mμ auf, in Pufferlösung von p_H 9,8 bis 10,5 dagegen höhere Maxima bei 240 mμ und keine Minima. Die Differenzen der in beiden Lösungen gemessenen Extinktionswerte sind für die verschiedenen Barbiturate charakteristisch, ausgenommen die N-methyl- und Thioderivate. Bei 260 mμ sind die Differenzen am größten und folgen dem Beerschen Gesetz; sie lassen sich daher für eine quantitative Bestimmung der Barbiturate auswerten. Dabei stören UV-absorbierende Substanzen aus Blut, Urin und Organteilen nicht, da diese keine wesentliche Änderung ihrer Absorption bei starker Alkalität und bei p_H 10 aufweisen. — *Arbeitsweise.* a) *Blut:* Oxalatblut oder Plasma wird mit Chloroform extrahiert (50 ml auf 1—5 ml Blut) und ein aliquoter Teil des filtrierten Chloroformextrakts mit 4 ml einer annähernd 0,45 n Natronlauge ausgeschüttelt. 3 ml des zentrifugierten klaren alkalischen Extrakts werden in eine 1 cm-Quarzküvette des Beckman-DU-Spektrophotometers gegeben. Dann mißt man die Extinktionen bei 305, 270, 260, 252, 249, 240, 235, 232 und 228 mμ gegen einen alkalischen Extrakt aus dest. Wasser, der auf gleiche Weise wie oben hergestellt wurde. Jetzt gibt man zu je 2 ml des alkalischen Blutextrakts und der Vergleichslösung 1 ml 1 m Borsäure-Kaliumchloridpuffer (12,369 g Borsäure und 14,911 g KCl werden in Wasser zu 20 ml gelöst) und mißt die Extinktionen bei den vorhin genannten Wellenlängen. Nach Multiplikation mit 1,5 subtrahiert man die erhaltenen Werte von den zuerst gemessenen Extinktionen. — b) *Urin:* 1—5 ml Urin (p_H 7,0) werden mit 50 ml Chloroform extrahiert. Zur Entfernung störender Substanzen schüttelt man die Chloroformschicht mit 5 ml 1 m Phosphatpuffer von p_H 7,4 aus und verfährt weiter wie oben. — c) *Körpergewebe:* Das Gewebe wird mit dest. Wasser versetzt und homogenisiert. 5 ml, entsprechend 1—2 g Gewebe, werden mit 75 ml Chloroform extrahiert; für Gehirn verwendet man besser Dichloräthylen. Weiter verfährt man wie bei Blut, wobei man jedoch zur Vermeidung von Emulsionen 0,9 n Natron-

[1] Acta pharmac. int. (Kopenhagen) **2**, 251 (1951); Pharmac. Weekbl. **39**, 701 (1951). Staatl. Univ. Utrecht.

[2] Analyt. Chemistry **24**, 1604 (1952). Army Med. Serv. Graduate School, Washington.

lauge verwendet und mit 2 ml Borsäure-KCl-Puffer auf p_H 10,2 10,5 einstellt. Der Korrekturfaktor beträgt dann 2,0. Die Anwesenheit von Barbituraten gibt sich in charakteristischen Differenzen zu erkennen, die man mit Standarden vergleicht. Dabei wird die Extinktion bei 305 mμ nicht berücksichtigt, da diese nur andere UV-absorbierende Substanzen anzeigt. Mit dieser Methode können noch 0,1 mg Barbiturat in 100 ml Blut oder 0,3 mg Barbiturat in 100 g Gewebe bestimmt werden. H. Sperlich.

Zur Wertbestimmung von Strychninnitrat und Chinidinsulfat wird von D. Köszegi und E. Salgó[1] nach einer kritischen Betrachtung über die Methoden verschiedener Arzneibücher die Bestimmungsmethode mit *Dikaliumquecksilber(II)-rhodanid* empfohlen. Das Verfahren ist von den Verfassern bereits in einer früheren Arbeit beschrieben worden[2]. H. Kurtenacker.

Eine neue spezifische, colorimetrische Methode zur Morphinbestimmung im Opium wird, im Anschluß an eine Kritik der bestehenden offiziellen Bestimmungsverfahren, von Au. Mariani, S. Guarino und Olga Mariani Marelli[3] vorgeschlagen. Sie beruht auf der von S. Guarino[4] mitgeteilten Farbreaktion des Morphins bei Oxydation mit einem Überschuß von Jodsäure in saurem Medium und nachfolgender Reaktion mit Spuren $FeCl_3$ in alkalischem Medium (Natriumhydrogencarbonat oder Ammoniumcarbonat). — Die Opiumproben werden pulverisiert, homogenisiert und bei 60 °C getrocknet. Hierauf erfolgt Extraktion des Morphins mit Calciumchloridlösung und Verdünnung mit 0,1 n Salzsäure. Für Morphinmengen von 0,8 mg in 50 ml Endlösung ist das Beer-Lambertsche Gesetz erfüllt, und zwar sowohl für die Orangegelbfärbung vor Zusatz von Eisen(III)-chlorid, als auch für die Violettfärbung nach dessen Zusatz. Die Differenzenkurve aus den Kurven für Violett und Gelb gestattet eine genaue Morphiumbestimmung auch dann, wenn das Opium besonders reich an Farbstoffpigmenten und arm an Morphin ist. Man mißt bei 520 mμ. H. Freytag.

Für die colorimetrische Bestimmung herzwirksamer Glucoside in verdünnten Lösungen eignet sich nach C. H. Hassall und A. E. Lippman[5] die *Farbreaktion mit m-Dinitrobenzol und verdünnter Natronlauge* oder einer alkalischen Pufferlösung von p_H 11 13. Die dabei entstehende Rotfärbung ($\lambda_{max.}$ 560 mμ) ist beständiger als die Blaufarbung, die mit konzentrierten Alkalilösungen entsteht und unterscheidet sich deutlich von der Rotfärbung, die einfache Ketone, wie Aceton und Dehydroisoandrosteron mit m-Dinitrobenzol und konz. Natronlauge geben ($\lambda_{max.}$ 520 mμ). *Ausführung.* Ein aliquoter Teil einer beiläufig 0,1%igen Lösung des Glucosids in absolutem Äthanol wird mit 0,3 ml einer 2%igen (Gew./Vol) Lösung von m-Dinitrobenzol in absolutem Äthanol versetzt und mit absolutem Äthanol auf 1,2 ml aufgefüllt. Dann fügt man 0,10 ml 0,1 n Natronlauge (carbonatfrei) hinzu und mißt die Absorption bei 560 mμ. Die optimalen Zeiten für die Farbentwicklung (5 10 min) müssen für jedes Glucosid ermittelt werden. H. Sperlich.

Die fluorimetrische Bestimmung des Lokalanästheticums Percain mit Hilfe seiner blauen Fluorescenz in n salpetersaurer Lösung führen O. Hrdý und A. Šlouf[6] mit einem Klett-Fluorimeter (Modell 2070) und den Lichtfiltern 5970 sowie 3389

[1] Pharmaz. Zentralhalle Deutschland **92**, 157 (1953). Univ. Szeged, Ungarn.

[2] Köszegi, D., u. E. Salgó: Diese Z. **130**, 403 (1949/50).

[3] Rend. Ist. super. Sanità **14**, 733 (1951). Ist. Super. di Sanità, Rom.

[4] Boll. Soc. ital. Biol. sperim. **20**, 754 (1945); **21**, 253 (1946); **22**, 1223, 1226 (1946); Arch. Antrop. Crimin. **1947**, 182; Bull. Soc. Chim. biol. **29**, 548 (1947); Arch. Soc. biol. **31**, 115 (1946).

[5] Analyst (London) **78**, 126 (1953). Univ. College of the West Indies, Jamaica.

[6] Pharmazie **8**, 159 (1953). Staatl. Arzneimittelkontrollanstalt Prag.

aus. Der Analysenfehler beträgt 1% bei Anwendung von 0,002—0,03 mg Percain. 2,5 μg/ml geben einen Galvanometerausschlag von 21, Chininsulfat (0,1 mg/l) als Vergleich einen Ausschlag von 110. Andere Lokalanästhetica wie Procain, (Novocain) und Intercain (Pantocain) stören die Bestimmung noch in 20facher Konzentration nicht, Adrenalin stört in halber Konzentration nicht, ebensowenig stört physiologische Kochsalzlösung. J. Eisenbrand.

4. Auf Physiologie und Pathologie bezügliche Methoden.

Ein Gerät zur Analyse von im Blut absorbierten Gasen beschreibt ausführlich E. Kofler[1]. Es ist in Abb. 1 wiedergegeben. Der Einfülltrichter A mit 15 ml Fassungsvermögen geht in eine zapfenförmig ausgebildete Öffnung B über, in die man die Ostwaldsche Pipette B_1 einsetzen kann. Auf diese Weise entsteht zwischen B_1 und Schliffhahn C kein toter Raum. Die Bürette I trägt eine Millimetereinteilung von 0—380 und erweitert sich unten zu einem Raum von 50 ml (S). Der Seitenarm I_d weist oben eine Null-Niveaumarke auf. Die Capillaren D, E, G, Z haben einen Innendurchmesser von 1 mm, die beiden Arme der Bürette von 4 mm. Als Füllflüssigkeit wird gewaschenes und destilliertes Quecksilber verwendet. An Reagenzien wird das Eisen-(III)-cyanidreagens von F. Rappaport u. K. Köck-Molnar[2] verwendet. Es enthält in 100 ml Wasser 3,3 g Saponin, 450,0 g Harnstoff, 3,3 g Kaliumeisen-(III)-cyanid und 5 ml Octylalkohol. Vor Gebrauch setzt man 11% n Milchsäure zu. Das Saponin hämolysiert das Blut vollständig, das Eisen(III)-cyanid macht aus HbO_2 den gesamten Sauerstoff frei, die Milchsäure das gebundene CO_2, der Harnstoff verhindert die Proteinfällung und der Alkohol die Schaumbildung. CO_2 wird in 5%iger NaOH-Lösung absorbiert, O_2 in einer Lösung, die aus 2 g Natriumdithionit, 0,3 g Na-β-antrachinonsulfonat und 10 ml 5%iger Natronlauge besteht. Zur Absorption von CO wird zweckmäßig das Reagens

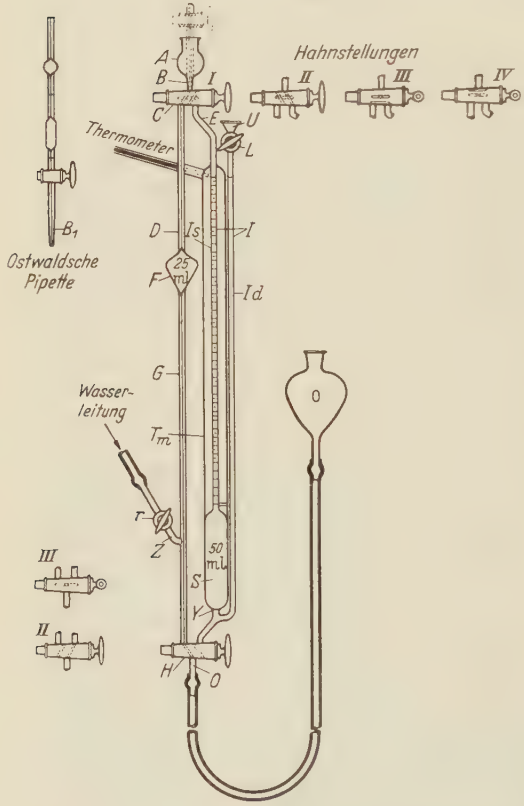


Abb. 1. Gerät zur Analyse von Gasen im Blut nach Kofler.

[1] Arch. Scienze biol. **36**, 177 (1952). Ist. Chim. biol., Univ. Padua (Italien).
[2] J. biol. Chemistry **104**, 29 (1934).

von Lebeau u. Bedel[1] benutzt: Man bringt 10 g β-Naphthol in eine Lösung, die 5 g Cu_2O, 95 g konz. Schwefelsäure und 5 g Wasser enthält, mischt bis zur Lösung und filtriert. Zur Absorption von C_2H_2 dient das Reagens von Lebeau u. Domiens[1]: Man löst 2,5 g HgJ_2 in einer Lösung von 3 g KJ in 10 ml Wasser und versetzt dann mit 95 g KOH. — *Gasentbindung:* Man bringt die Hähne *H* und *C* in *I*-Stellung und hebt *Q* so weit, daß einige Milliliter Hg nach *A* gelangen. Dann wird *H* geschlossen. Man führt in *B* die 1 ml heparinisiertes Blut enthaltende Pipette, senkt *Q* und öffnet vorsichtig *H*, bis das Blut die untere Marke erreicht hat. Man schließt *H* und den Hahn der Pipette und ersetzt sie durch eine, die 3 ml entgastes Kaliumeisen(III)-cyanidreagens enthält. Man öffnet *H*; wenn die Lösung die untere Marke erreicht hat, bringt man *C* in die *II*-Lage. Dann senkt man *Q*, und wenn das Hg die Grenze zwischen *F* und *G* erreicht hat, stellt man *H* in Lage *II*, derart, daß das Hg auch im linken Arm J_g heruntersinkt. Wenn *S* Unterdruck und das Hg die Marke *Y* erreicht hat, so schließt man *H* und erschüttert leicht den ganzen Apparat, um die Gasentbindung aus der Flüssigkeit zu erleichtern. Nach 2—3 min ist die Gasentbindung beendet und man hebt *Q* an, wobei man vorsichtig *H* in *I*-Stellung bringt. Die Flüssigkeit läßt man so langsam in der Capillare *D* bis zum Hahn *C* steigen. Hier muß vermieden werden, daß die Flüssigkeit in *E* eindringt. Man verschließt *C*, stellt *H* in *II*-Lage und hebt *Q*, bis das Hg im rechten Arm (J_d) genau der Marke 0 entspricht. *H* wird geschlossen und der Hg-Stand an der Skala abgelesen. — *Gasabsorption:* Man setzt in *B* eine das geeignete Absorptionsmittel enthaltende Pipette ein. Hierauf bringt man *C* in *I*-Stellung, senkt *Q* und dreht *H* vorsichtig in *I*-Stellung, bis die Flüssigkeit die niedrigste Marke erreicht hat. Dann wird *C* in *II*-Lage gebracht und die Pipette entfernt. Man senkt *Q* so weit, daß ein Teil des Gases in *F* eintritt, stellt *H* in *II*-Lage und hebt *Q*. Das gesamte Gas tritt nun in *F* ein. Man schließt *C*, dreht *H* in *I*-Stellung zurück und beläßt *Q* in der gleichen Höhe. Nach erfolgter Gasabsorption verfährt man wie bei der Gasentbindung beschrieben und liest an der Bürette Volumen und Druck ab. Die Absorptionsdauer von CO_2 beträgt 1 min, von O_2 3 min, von CO 5 min, von Acetylen 5 min. — Die weiteren Einzelheiten, hauptsächlich die Angaben über die Entlüftung der Reagenslösungen sowie die Berechnung der Resultate, sind dem Original zu entnehmen. Die Ergebnisse stimmen mit den auf anderem Wege von anderen Autoren ermittelten gut überein. Das Gerät bietet gegenüber der Technik von van Slyke bedeutende Vorteile. H. Freytag.

Zur Halbmikrobestimmung von Kohlenoxyd im Blut benutzt G. Le Moan[2] die Technik von I. R. Fabre, R. Truhaut und F. Berrod[3]. In einer kleinen Apparatur, ähnlich den Conway-Gefäßen, läßt er aus dem angesäuerten Blut das Kohlenoxyd in 3 ml einer Palladium(II)-chloridlösung (etwa 1 g $PdCl_2 \cdot 2\,H_2O$ im Liter enthaltend) diffundieren. Die Diffusion dauert bei Zimmertemperatur 24 Std, bei 37° C 6 Std., man muß aber im letzten Falle vermeiden, daß Kondenswasser in die Palladium(II)-chloridlösung fällt. Das abgeschiedene Palladium wird abfiltriert, ausgewaschen, in Salz-Salpetersäure gelöst, eingedampft und nach dem Auflösen in Wasser mit Kaliumjodid versetzt. Die braune Farbe des Palladium(II)-jodides wird im Elektrophotometer mit Grünfilter gemessen. Dieses Vorgehen ist einfacher, als das von Fabre und Mitarbeitern, die das Palladiumchlorür mit α-Nitroso-β-naphthol umsetzen, den Komplex mit Pyridin extrahieren und in dieser Lösung colorimetrieren.

---

[1] Vgl. S. Doldi in „L'Analisi dei gas", Milano 1943, Ed. Ist. Propaganda scient. tecn. industriale, S. 87, 99.

[2] Ann. pharmac. franç. **10**, 269 (1952). Lab. pharm., Groupe hospitalier Necker-Enfants Malades.

[3] Ann. pharmac. franç. **9**, 625 (1951).

Der Anwendungsbereich der Methode bewegt sich von 0,1—10 Vol% im Blut. Verglichen mit den Methoden von Nicloux sowie Fabre u. Mitarb. ergeben sich nur sehr geringe Differenzen. K. Hinsberg.

Über die Bestimmung von Schwefelkohlenstoff in der Atemluft, im Blut und Harn berichtet H. Demus[1] im Rahmen einer Arbeit über den Mechanismus der Aufnahme des Schwefelkohlenstoffs beim Einatmen und seinen Verbleib im Körper. Der zu bestimmende Schwefelkohlenstoff wird in Kaliummethylxanthogenat übergeführt und in dieser Form in bekannter Weise mit Jodlösung titriert. — 1. *Absorption des Schwefelkohlenstoffs:* a) *aus der Luft*: Die in einem Gefäß gesammelte zu untersuchende Luft (Atemluft oder Raumluft) wird mit einer Geschwindigkeit von 1 l Std

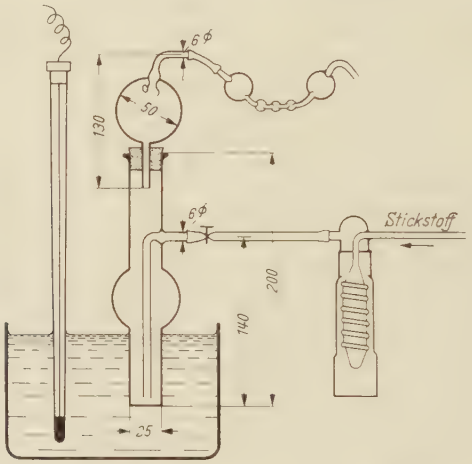


Abb. 1. Gefäß zum Abtreiben von CS_2 nach Demus.

durch die Absorptionsgefäße gedrückt. Zur Entfernung des Kohlendioxyds sind den Absorptionsgefäßen 2 Kugelröhren mit 5%iger Bariumhydroxydlösung vorgeschaltet. Die CS_2-Absorption erfolgt in methanolischer Kalilauge (11 g KOH auf 100 ml Methanol). — b) *aus venösem Blut*: Aus einer Mischung von 10 ml venösem Blut, 15 ml destiliertem Wasser, 1 ml 2%iger Ammoniumoxalatlösung und 2 ml reinem Äthylalkohol wird CS_2 bei 40—45° C (bei dieser Temperatur schäumt die Flüssigkeit am wenigsten) im Stickstoffstrom in etwa 1¼ Std (etwa 1 l Stickstoff) in die Vorlagen übergetrieben. Abb. 1 zeigt die verwendete Apparatur. Zur Entfernung etwa gebildeten Schwefelwasserstoffs wird ein Kugelrohr mit 5%iger Zinkacetatlösung vor die Absorptionsgefäße (Kugelröhren) geschaltet. In diesen befindet sich methanolische Kalilauge (siehe a). — c) *aus Harn*: Aus einem Gemisch von 40 ml Harn und 1 ml Eisessig wird CS_2 wie unter (b) übergetrieben und absorbiert. — 2. *Bestimmung des Schwefelkohlenstoffs.* Man überführt den Inhalt der Absorptionsgefäße in den Titrierkolben, wäscht mit methanolischer Kalilauge und Wasser nach, neutralisiert die Lösung sofort mit 10%iger Essigsäure gegen Phenolphthalein und gibt 5 Tropfen Säure im Überschuß zu. Nach Zusatz einiger Tropfen 1%iger Stärkelösung wird mit 0,001 n Jodlösung titriert. H. Kurtenacker.

[1] Faserforschung und Textiltechnik 4, 22 (1953). Vistra-Betriebslab., Filmfabrik Agfa, Wolfen.

Eine Mikromethode zur Bestimmung des bei enzymatischen Reaktionen frei werdenden Ammoniaks, auf dem Prinzip von E. J. CONWAY[1] beruhend, arbeiteten K. SLAVÍK und R. SMETANA[2] aus. Man verfährt folgendermaßen: In eine Flasche von 10—25 ml Inhalt bringt man 0,2 ml der bebrüteten Probe und fügt 0,2 ml einer gesättigten Kaliumcarbonatlösung hinzu. Sofort verschließt man die Flasche mit einem Gummistopfen, der mit einem Glasröhrchen versehen wurde, an dessen unterem Ende ein Glaswattebausch befestigt ist, den man vorher mit 4 n Schwefelsäure getränkt hat. Der Bausch nimmt etwa 0,05—0,1 ml auf. Nach 1 Std bei Raumtemperatur werden Stäbchen und Bausch mit genau 12 ml destilliertem Wasser in ein Kölbchen abgespült, 1 ml NESSLER-Reagens zugefügt und die gefärbte Lösung photoelektrisch bei 470 mμ colorimetriert. Es empfiehlt sich nicht, zur Entwicklung des Ammoniaks eine höhere als Raumtemperatur zu verwenden, weil sonst Verluste eintreten können. Die Flüssigkeitsmenge darf 0,5 ml nicht überschreiten, da eine Restmenge Ammoniak sonst gelöst bleibt. Die Bestimmung ist auf ± 2% genau. H. FREYTAG.

Zu KJELDAHL-Reststickstoffbestimmungen, vor allem bei Mikrobestimmungen von Serumeiweiß in klinischen Laboratorien, wird von P. GEDIGK[3] das Verfahren nach PARNAS und WAGNER als das zuverlässigste angegeben. Neben genauer Beschreibung der Apparatur und der Arbeitsweise diskutiert der Verf. auch ausführlich die einzelnen Fehlermöglichkeiten. Zur Verwendung kommen das bestens wirksame Selenreaktionsgemisch nach Merck, 0,0143 n Schwefelsäure und 0,0143 n Natronlauge, physiologische (0,9%ige) Kochsalzlösung und als Indicator Methylrot oder Mischindicator 5 von Merck. Für die Enteiweißung bei Reststickstoffbestimmungen verwendet man zweckmäßig 1,55%ige Uranylacetatlösung, auch 20%ige Trichloressigsäure oder Natriumwolframat nach FOLIN werden empfohlen. Für sehr kleine Analysenmengen ist die genaue jodometrische Endpunktsbestimmung am Platze. Hierzu kocht man das Destillat mit 10 ml 0,01 n oder 0,02 n Schwefelsäure als Vorlage ohne Indicator zur Vertreibung der Kohlensäure kurz auf, gibt sodann 3 ml 5%ige Kaliumjodidlösung und 1 ml 4%ige Kaliumjodatlösung zu, läßt nach Umschütteln 5 min stehen und titriert nach Zusatz von 2 Tropfen 1%iger Stärkelösung mit 0,01 n oder 0,02 n Thiosulfatlösung.
H. ZELLNER.

Ein ultraviolettspektrophotometrisches Verfahren zur Bestimmung von Khellin wurde von F. G. SOLONI und J. F. MÁRQUEZ[4] für Humanblut ausgearbeitet. Khellin besitzt bei 250 mμ ein Absorptionsmaximum. Die Eichkurve wird mit einer Lösung von 0,2500 g Khellin (F. 153,5—154° C) in 250 ml 96 Vol%igem Äthanol, die in verschiedener Verdünnung spektrophotometriert wird, bestimmt. Das BEERsche Gesetz ist im Bereich von 0—12 μg/ml Khellin erfüllt. Die Messungen werden auf das Lösungsmittel bezogen. 2 ml Heparin- oder Oxalatblut werden zu 20 ml Alkohol im Zentrifugierröhrchen gegeben und mit dem Glasstab bis zur Gerinnung gerührt. Hierauf zentrifugiert man mit 2500 U/min 5 min lang. Die überstehende Flüssigkeit wird in eine graduierte Pyrexröhre dekantiert und auf dem Wasserbad eingeengt. Den Niederschlag wäscht man mit 5 ml Alkohol unter Rühren mit dem schon benutzten Glasstab und zentrifugiert erneut 5 min lang. Die Waschflüssigkeit dekantiert man zum Extrakt und engt auf 7 ml ein. Die konzentrierte Lösung läßt man

[1] Biochemic. J. **27**, 430 (1933); vgl. diese Z. **101**, 237, 238 (1935).

[2] Chem. Listy **46**, 648 (1952) [Tschechisch]. Staatl. Fakultäts-Krankenhaus, Interne Klinik, Prag.

[3] Röntgen- u. Laborat.-Prax. **5**, 40 (1952). Med. Klin. Univ. Marburg/Lahn.

[4] J. Amer. pharmac. Assoc., sci. Edit. **42**, 20 (1953).

unter einem Druck von etwa 40 mm Hg durch eine Säule laufen, die mit 0,5 g reinem Quarzsand am Boden und sonst mit 1,0 g *Aluminiumoxyd für chromatographische Zwecke* (EIMER und AMEND) beschickt ist. Das Filtrat fängt man in kalibrierten KRAMER-GITTLEMAN-Röhren auf. Die Säule wird mit Alkohol nachgewaschen, bis das Eluatvolumen 12,5 ml beträgt. Das Gesamtfiltrat wird gemischt. Man mißt die optische Dichte bei 250 mμ gegen 96%igen Alkohol als Vergleichsflüssigkeit. Von dieser Ablesung zieht man einen Blindwert ab, der mit dem gleichen, aber khellinfreien Blut bestimmt wurde. Ist dies nicht möglich, so subtrahiert man von der abgelesenen optischen Dichte den aus 10 Normalblutproben empirisch ermittelten Wert von 0,300 ab. Unter besten Arbeitsbedingungen übersteigen die Fehler nicht 1 mg/l der Endablesung. Bei reinen Khellinlösungen beträgt der Fehler im Bereich von 0—15 μg/ml etwa 0,1 μg. Der Apparat zur Ausführung der Bestimmung ist in Abb. 1 wiedergegeben. Die Glasteile müssen mit konzentrierter Salpetersäure gereinigt werden, da Khellin etwas vom Glas adsorbiert wird. H. FREYTAG.

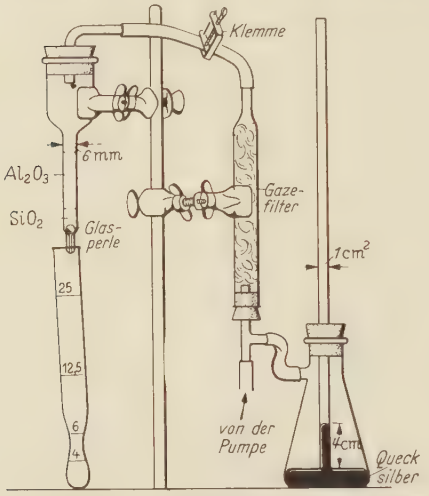


Abb. 1. Gerät von SOLONI und MÁRQUEZ zur Khellinbestimmung in Humanblut.

Zur chemischen Bestimmung der Pantothensäure im Harn verwenden R. CROKAERT, S. MOORE und E. J. BIGWOOD[1] das bereits früher[2] entwickelte Verfahren, das auf der Bestimmung des durch Hydrolyse in Freiheit gesetzten β-Alanins beruht. An Stelle der Endbestimmung des β-Alanins mit Naphthochinonsulfosäure wird jetzt das colorimetrische Ninhydrinverfahren[3] angewendet. Alle störenden Stoffe werden durch Chromatographierung an dem Polystyrolharz Dowex 50 entfernt[3]. — *Ausführung.* 25 ml eines 24 Std-Harnes vom spez. Gew. 1,02 läßt man mit einer Geschwindigkeit von 50 ml/Std durch eine sauer gestellte Dowexsäule (2,5 × 30 cm) fließen und wäscht mit Wasser nach. Die ersten 25 ml werden verworfen, die nächsten 75 ml zur Analyse verwendet. Auf der Säule bleiben alle Pigmente, Kationen, einschließlich basischer organischer Verbindungen (Aminosäure, Spuren β-Alanin), während Taurin und Pantothensäure nicht adsorbiert werden. Das schon saure Filtrat wird mit 0,5 ml konz. Salzsäure auf etwa p_H 1 gebracht und 1 Std auf dem siedenden Wasserbad hydrolysiert. Dann dampft man zur Trockne ein, löst in 2 ml Puffer von p_H 4,9 und saugt die Lösung auf eine zweite alkalisch gestellte Dowexsäule von 50 cm Länge, 1 cm Durchmesser. Das Chromatogramm entwickelt man mit 0,1 m Citratpuffer (p_H 4,92 ± 0,02), der 1% Détergent und 2% Benzylalkohol enthält[3]. Man sammelt 100 Fraktionen von 1 ml automatisch auf und

[1] Bull. Soc. Chim. biol. (Paris) **33**, 1209 (1951). Freie Univ. Brüssel.

[2] CROKAERT, R.: Bull. Soc. Chim. biol. (Paris) **31**, 903 (1949); vgl. diese Z. **133**, 320 (1951).

[3] MOORE, S., und W. H. STEIN: J. biol. Chemistry **192**, 663 (1951); vgl. diese Z. **136**, 371 (1952).

findet in der 18.—50. Fraktion die neutralen Aminosäuren und das Taurin, in der 55.—70. Fraktion Tyrosin und Phenylalanin und in der 78.—90. Fraktion das β-Alanin. Letzteres wird analysiert, indem man in der Kälte 2 ml Ninhydrinlösung zusetzt, 60 min auf 100° C erhitzt und photometriert. Aus reinen Lösungen wird auf diese Weise 93,5% wiedergefunden. Bei Zusatz zum Harn werden 92% wiedergefunden, und in einem Harn wurde im Mittel 3,1 γ/ml Pantothensäure gefunden, gleichzeitig mikrobiologisch 2,9 γ/ml. Die Übereinstimmung ist also gut. Die Verf. schließen daraus, daß sie tatsächlich β-Alanin bestimmen, woraus die Pantothensäure berechnet wird, obschon die Mengen zu klein sind, um die Substanz identifizieren zu können.

Nach einer späteren Mitteilung von R. Crokaert[1] gelingt es, 1—2 mg Pantothensäure durch Adsorption an 3—4 g mit m Essigsäure-Natriumacetatpuffer (p_H 3,3) vorbehandeltem Aluminiumoxyd von bis zu 100 mg Aminosäuren quantitativ zu trennen. Außer Pantothensäure werden die sauren Aminosäuren und Cystin zurückgehalten. Man wäscht mit H_2S-Wasser und entfernt dadurch das zu Cystein reduzierte Cystin sowie noch anhaftende neutrale Aminosäuren. Beim folgenden Behandeln mit 0,05 m Acetatpuffer wird Pantothensäure selektiv eluiert.

K. Hinsberg.

Ein chemisches Verfahren zur Bestimmung von Panthenol, über das R. Crokaert[2] berichtet, beruht auf demselben Prinzip wie das Verfahren zur Bestimmung von Pantothensäure von R. Crokaert, S. Moore und E. J. Bigwood[3]. Man filtriert eine wäßrige Panthenollösung (mit 0,2—0,3 mg Panthenol) durch eine Kunstharzsäule (Dowex-50), die mit Säure aktiviert ist. Dadurch werden alle basischen Substanzen zurückgehalten, während Panthenol im Filtrat erscheint. Das Filtrat wird mit Säure hydrolysiert, zur Trockne eingedampft und nach Zugabe von Phosphatpuffer von p_H 10,6 auf einer zweiten Dowex-Säule chromatographiert, die mit Na^+ aktiviert ist. Im Filtrat befindet sich 3-Amino-1-propanol, welches aus Panthenol abgespalten wurde. Bei der Chromatographie in dem alkalischen Medium entsteht zwar ein Verlust von 25%, man kann den p_H-Wert aber nicht herabsetzen, weil man sonst Ammoniak nicht abtrennen kann. Nach Verabfolgung von 10 mg Panthenol findet sich keine unveränderte Substanz im Harn. Nach 200 mg findet man 20—25% unverändert, den Rest als Pantothensäure.

K. Hinsberg.

Zur Bestimmung der Adenosintriphosphataseaktivität (ATPA) im arteriellen Gewebe ergaben sich Schwierigkeiten, wie F. K. Bell, C. J. Carr und J. C. Krantz jr.[4] mitteilen, weil die ATP durch Trichloressigsäure hydrolysiert wird und die Farbentwicklung keinen präzisen Endpunkt zeigt. Sie greifen daher auf die alte Methode zurück, das anorganische Phosphat als Ammoniummagnesiumphosphat zu isolieren und nach Umwandlung in Phosphormolybdat als Molybdänblau colorimetrisch zu bestimmen. Das Gewebe der Aorta wird bei 4° C mit Wasser gewaschen, longitudinal gespalten, getrocknet, mit Sand zerrieben und eine 1%ige Suspension des Gewebes dargestellt. Zur Bestimmung von ATPA wird 1 ml dieser Suspension mit 1,2 ml Veronalpuffer (p_H 7,4,) 0,5 ml 0,032 m $CaCl_2$-Lösung, 1 ml 0,0144 m ATP und 1 ml Wasser 15 min bei 37° C bebrütet, dann mit 0,2 ml 0,1 n Natriumacetat-

[1] Ind. chim. belge **17**, 255 (1952); durch Chem. Zbl. **1952**, 6391. Freie Univ. Brüssel.

[2] Arch. int. Physiol. **60**, 202 (1952). Freie Univ. Brüssel.

[3] Bull. Soc. Chim. biol. (Paris) **33**, 1209 (1951); vgl. diese Z. **140**, 462 (1953).

[4] Analyt. Chemistry **24**, 1148 (1952). School Med., Univ. Maryland, Baltimore, Md. (USA).

lösung, die mit Ammoniumsulfat gesättigt ist, gefällt und filtriert. Die Fällung und Bestimmung der Phosphate erfolgt nach B. L. Griswold, F. L. Humoller und A. R. McIntire[1]. Ein Leerwert wird mit Wasser statt Gewebeextrakt angesetzt. Bei verschiedenen Tierarten werden befriedigende Resultate erzielt. K. Hinsberg.

Zur Mikrobestimmung der verschiedenen Gallensäuren in der Galle verwendet E. Murakami[2] die Methode von S. Kawaguchi[3] in der Modifikation von Y. Abe[4] unter Verringerung der Vanillinmenge auf 1 mg in 1,5 ml Phosphorsäure. Das Reagens 1 wird aus Phosphorsäure vom spezifischen Gewicht 1,625 bei 22° C, das Reagens 2 aus Phosphorsäure vom spezifischen Gewicht von 1,750 bei 22° C hergestellt. Wenn die gallensäurehaltigen Proben genau 15 min auf 50° C mit dem einen oder anderen Reagens erhitzt werden, entstehen Farben mit charakteristischen Extinktionskurven, die für eine getrennte Bestimmung von freien und gebundenen Gallensäuren benutzt werden können. Es werden Unterschiede zwischen gebundener Cholsäure und Desoxycholsäure und den freien Säuren gefunden. Die Absorptionskurven sind sehr abhängig von der Erhitzungsdauer; die Absorption zeigt auch nach der Abkühlung noch eine geringe Zunahme. Zur Untersuchung wird die enteiweißte Galle eingetrocknet und ein aliquoter Teil, der bis zu 1 mg Gallensäure enthält, mit 1,5 ml Reagens erhitzt, abgekühlt, nochmal mit 1 ml Reagens versetzt und die Extinktion gemessen. Die freien und gebundenen Gallensäuren lassen sich trennen, wenn der Gallenrückstand in 4 ml Acetatpuffer (p_H 4,8) aufgelöst wird und 2 ml mit je 10 ml Äther extrahiert werden. In dem Puffer bleiben rund 80—82% der gebundenen Gallensäuren, die nach dem Eindampfen wie oben beschrieben bestimmt werden. Die Galle wird durch Zusatz von Alkohol, einigen Tropfen Ammoniak und 10—20 mg Norit enteiweißt, 2—3 min auf 80—90° C erhitzt und nach dem Abkühlen klar filtriert. Von dem Filtrat dampft man aliquote Teile ein, die zur Bestimmung benutzt werden. Der Gehalt an den einzelnen Säuren läßt sich nach folgenden Gleichungen berechnen:

$$\text{gebundene Cholsäure} = 0{,}1 \times \frac{E_2\,\text{Tri}}{0{,}1277} \times \frac{100}{80}\ (\text{mg}).$$

$$\text{gebundene Desoxycholsäure} = 0{,}1 \cdot \frac{E_2\text{Mix} - (E_2\text{Tri} \times 0{,}89)}{0{,}2} \cdot \frac{100}{80}\ (\text{mg}).$$

$$\text{freie Cholsäure} = 1{,}0 \times \frac{E_1\text{Tri} - \left(E_2\text{Tri} \times \frac{100}{80}\right)}{0{,}1417}\ (\text{mg}),$$

$$\text{freie Desoxycholsäure} = 0{,}1 \times \frac{E_1\text{Mix} - \left(E_2\text{Mix} \times \frac{100}{80}\right)}{0{,}216}\ (\text{mg}).$$

Es bedeuten E_1Tri Extinktion mit Phosphorsäurereagens 1 für die gesamten Säuren, E_1Mix Extinktion für die gesamten Gallensäuren mit Reagens 2, E_2Tri Extinktion mit Reagens 1 für gebundene Gallensäuren, E_2Mix Extinktion mit Reagens 2 für gebundene Gallensäuren. — In der Galle von einer Cholecystitis ohne Gallensteine fanden sich 13—49 mg ml gebundene Gallensäure, keine freien Gallensäuren. Dagegen war bei Cholecystitis + Pankreatitis 3 mg ml freie Desoxycholsäure nachweisbar. K. Hinsberg.

[1] Analyt. Chemistry **23**, 192 (1951); vgl. diese Z. **135**, 318 (1952).

[2] J. Biochemistry (Tokyo) **39**, 17 (1952). School of Med., Kyushu Univ., Fuhuoka (Japan).

[3] J. Biochemistry (Tokyo) **28**, 444 (1938).

[4] J. Biochemistry (Tokyo) **26**, 323 (1937).

Namen- und Sachverzeichnis zum 140. Band.

Namenverzeichnis.

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung.)

Abbott jr., L. D., und Dodson, M. J. Massenspektrometrische Bestimmung der ^{15}N-Konzentration 429.

Abe, Y. Bestimmung der Gallensäuren in der Galle 464.

Abrahamson jr., E. A., und Reynolds, Ch. A. Polarographische Bestimmung der Organochlorsilane 278.

Abramov, V. L., Bogdanova, V. T., und Taganov, K. J. Spektralanalytische Bestimmung von Silicium und Kohlenstoff in Gußeisen 124.

D'Accadia, F. D., siehe Beloff-Chain, A.

Ackermann, H. J., siehe Jones, H. A.

Adams, R. N., Reilley, Ch. N., und Furman, N. H. Amperometrische Bestimmung von Glucose mit Ferricyanid 366.

Adamson, D. C. M., Domleo, A. P., Jefferies, J. P., und Shaw, W. H. C. Bestimmung von l-Thyroxinnatrium 230.

Adshead, J. M., siehe Gore, D. N.

Afanasev, B. N. Chloramin B als Oxydationsmittel in der Maßanalyse 208.

Akselrod, R. S., und Tarasova, L. S. Sauerstoffbestimmung in Stahl 217.

Aldridge, W. N. Thiocyanatbestimmung nach der Brompyridinmethode 395.

Aleksandrov, G. V., und Cvik, S. M. Borbestimmung in Kaliumsalzen 155.

Alexander, D. S., siehe Taylor, G. W.

Allan, W. J., und Beamish, F. E. Mikrobestimmung von Osmium 386.

Allen, H. R., Swift, E., Hays, R., und Kaufman, Z. F. Bestimmung der citratlöslichen Phosphorsäure in Düngemitteln 393.

Allen, R., siehe Wark, Sh.

Ambrosino, G., und Pindrus, P. Zerstörungsfreie Untersuchung antiker Metallgegenstände 368.

Amelink, F. Identifizierung von Arzneimitteln 455.

Amin, A. M., siehe Flaschka, H.

Anastasi, A. Mecarelli, E., und Novacic, L. Maßanalytische Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid 233. — Polarographische Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid 234.

Anderson, A. B. Elektrophoretische Bestimmung von Stickstoff in Proteinfraktionen 293.

Anderson, C. W. Antimonbestimmung mit Bromat 306.

Anderson, W. K., siehe Blaedel, W. J.

Anger, V., siehe Feigl, F.

D'Ans, J., Blasius, E., Guzatis, H., und Wachtel, U. Verwendung von Anionenaustauschern in der Analyse 52.

Anselmi, Sc., und Cesari, A. Sesamölnachweis in Fetten 444.

Anton, H.-U., siehe Zimmermann, W.

Appleton, L. Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl 300.

Archinard, P., siehe Parriaud, J.-Ch.

Ariel, M., siehe Cimerman, Ch.

van Arkel, C. G., und Meijst, M. Bestimmung der Gesamtalkaloide in Cortex Chinae 318. — Bestimmungsmethoden von Hydrastin 318.

Arrhenius, S. Nachweis von Wasserstoffperoxyd mit Vanillin 61.

Arthur, P., und Donahue, J. F. Coulometrische Titration von Eisen mit Titan 281.

Arthur, P., und Lyons, H. Polarographische Analyse in wasserfreien Lösungsmitteln 133.

Assarsson, G. O., und Balder, A. Calcium- und Strontiumbestimmung durch Leitfähigkeitsmessung 376.

Association of Official Agricultural Chemists Photometrische Bestimmung von Vanillin und Cumarin 158.

Atchison, G. J., und Beamer, W. H. Nachweis von Spurenelementen in metallischem Magnesium mit Hilfe der Aktivierungsanalyse 127.

Aten jr., A. H. W., Doorgeest, T., Hollstein, U., und Moeken, H. P. Analytische Chemie des Astats 216.

van Atta, G. E., siehe Bickhoff, E. M.

Augustin, A. DK-Werte organischer Verbindungen 163.

Babko, A. K., und Drako, O. F. Kobaltbestimmung als Rhodanidkomplex 217.

Bader, A., siehe Vortmann, G.

El-Badry, H. M., und Wilson, C. L. Gravimetrische Bestimmung von Blei, Silber und Quecksilber(I) im Mikrogrammbereich 64.

Baker, G. L., und Johnson, L. H. Nachweis von Harnstoff in Futtermitteln 451.

Baker, H. M., siehe Lowen, W. K.

Baker, W. O., und Smyth, Ch. P. DK-Wert von iso-Amylbromid 163.

Balavoine, P. Geruchs- und Geschmacksprüfung von Ölen und Lebensmittelfetten 442.

Balder, A., siehe Assarsson, G. O.

Baldwin, E., siehe Moyle, V.

Balis, E. W., siehe Kindt, B. H.

Ballard, C. W., und Spice, S. Bestimmung von 2-Amino-5-nitrothiazol 230.

Ballinger, D. G., siehe Kramer, H. P.

Baltes, J., siehe Kaufmann, H. P.

Barefoot, R. R., siehe Blackmore, A. P.

Barker, G. C., und Jenkins, I. L. Kapazitätsstrom bei der polarographischen Analyse 45.

Baron, H., Zur colorimetrischen Bestimmung kleiner Mengen Kobalt mit β-Nitroso-α-naphthol 173 [Or].

Barry, J. M., und Rowland, S. J. Kaliumbestimmung im Blutserum 235.

Bartlet, J. C., Wood, M., und Chapman, R. A. Arsenbestimmung in Obst und Gemüse 444.

Baudisch, O., siehe Ellis, G. H.

Bayer, I., siehe Tuzson, P.

Bayle, E., und Fabre, R. Hydrastininnachweis durch Fluorescenz 414.

Beamer, W. H., siehe Atchison, G. J.

Beamish, F. E., siehe Allan, W. J., sowie Blackmore, A. P.

Beck, G., Percuprimetrische Titration von Proteinen 237.

Beck, M., und Szabó, Z. G. Aluminiumbestimmung durch Neutralisation 438.

Beckett, A. H., und Dombrow, M. Polarographische Bestimmung von Ascaridol in Chenopodiumöl 137.

Bedel, siehe Lebeau.

Beklesov, G. E., siehe Butenko, G. A.

Belcher, R., und Gibbons, D. Bestimmung von Antimon mittels trans-Dichloro- bis -äthylendiaminkobaltchlorid 66.

Belcher, R., und West, T. S. Dreiwertiges Mangan als oxydimetrisches Reagens 367. — Kupferbestimmung als Thiocyanat 437.

Beljakov, A. A., siehe Korenman, I. M.

Bell, F. K., Carr, C. J., und Krantz, J. C. Bestimmung der Adenosintriphosphataseaktivität 463.

Bell, W. E., siehe Jensen, K. K.

Bellack, E., und de Witt, J. B. Bestimmung von Zinkphosphid 314.

Beloff-Chain, A., und D'Accadia, F. D. Chemische Bestimmung von Penicillin in Kulturflüssigkeiten 80.

Bendix, G. H., siehe Kolthoff, I. M.

Berg, A., siehe Wieland, Th.

Berg, A. M. Papierchromatographische Untersuchung von Ergotoxin und Ergotinin 59.

Berkhout, H. W. Kaliumbestimmung mittels Natriumtetraphenyloborat nach Maskierung von Ca und Mg 61.

Berkhout, H. W., und Goossens, N. Calcium- und Magnesiumbestimmung in Düngemitteln 154.

Berkovič, M. T., und Luzina, G. S. Colorimetrische Bestimmung von Brom in der Luft 148.

Le Berquieur, F., siehe Huré, J.

Berrod, F., siehe Fabre, I. R.

Besso, Z., Monnier, D., und Wenger, P.-E. Polarographische Mikrobestimmung von Tryptophan 49.

Beveridge, J. M. R., und Johnson, S. E. Phosphorbestimmung in Fetten 443.

Bévillard, P. Reagenzien auf Germanium 379.

Beyer, E., siehe Brockmann, H.

Lo Bianco, S., siehe Boissonnas, R. A.

Bickhoff, E. M., Livingston, A. L., und van Atta, G. E. Bestimmung von Carotin in Alfalfamehl 73.

Biggs, A. J. Nachweis und Bestimmung von Strychnin, Brucin und Morphin in Organteilen 231.

Bigwood, E. J., siehe Crokaert, R.

Biltz, H., und Biltz, W. Ausführung quantitativer Analysen 272 [L].

Biltz, W., siehe Biltz, H.

Bishop, E. Potentiometrische Messungen in nichtwäßrigen Lösungen 51.

Blacet, F. E., siehe Jensen, K. K.

Blackmore, A. P., Marks, M. A., Barefoot, R. R., und Beamish, F. E. Bestimmungsmethoden für Platin 441/42.

Blaedel, W. J., Malmstadt, H. V., Petitjean, D. L., und Anderson, W. K. Theorie der chemischen Analyse durch Hochfrequenzmethoden 284.

Blasius, E., siehe D'Ans, J.

Bloemendal, H., Veerkamp, Th. A. Ersatz von H_2S und $(NH_4)_2S$ in der qualitativen Analyse durch organische Sulfide 60.

Blundell, M. J., siehe Stone, J. E.

Bodden, A., siehe Kelsey, H. S.

Bode, F., Hübener, H. J., Brückner, H., und Hoeres, K. Papierchromatographische Bestimmung von Aminosäuren 206. — Siehe auch Hübener, H. J.

Bogdanova, V. V. Spektralanalytische Bestimmung von Cer und Mangan inMagnesiumlegierungen 122.

Bogdanova, V. T., siehe Abramov, V. L.

Boggs, L. A., Cuendet, L. S., Dubois, M., und Smith, F. Chromatographische Trennung von Zuckern 436.

Boggs, L. A., Cuendet, L. S., Ehrenthal, E., Koch, R., und Smith, F. N,N-Dimethyl-p-aminoanilin zum Zuckernachweis 436.

Boissonnas, R. A. Colorimetrische Bestimmung der Aminosäuren 290. — Siehe auch Meyer, K. H.

Boissonnas, R. A., und Lo Bianco, S. Papierchromatographische Bestimmung von Aminosäuren im Urin 289.

Bojkina, B. S. Bestimmung von Benzoldämpfen in der Luft 149.

Bongard, W., siehe Klenk, E.

Boonstra, J. B. Fluorbestimmung im Wasser 152.

Bordeianu, C. V. Bestimmung von Thymol und Carvacrol 226.

Borello, E., siehe Milone, M.

Bouissières, G., und Lederer, M. Chromatographie anorganischer Ionen 432.

Bourne, E. J., siehe Peat, S.

Bovalini, E., und Casini, A. Fällungstitration von Blei mit Dithizon als Indicator 64.

Boyle, A. J., siehe Kapuscinski, V.

Bradshaw, G., siehe Mayer, A.

Braun, K. C., siehe Luke, C. L.

Brenner, C. Löslichkeit von Kobaltnitrosonaphthol in organischen Lösungsmitteln 175.

Bretton, A. C., und Marshall, E. K. Bestimmung von Promizol 228.

Brháček, L., siehe Chlebovský, F.

Brissey, R. M. Erzielung hoher Auflösung bei der Röntgenstrahlen-Fluorescenzanalyse 431.

Britton, H. T. S., Cockaday, R. E., und Foreman, J. K. Potentiometrische Titration von Jodat mit Jodidlösung 146.

Britton, H. T. S., und Greenslade Britton, H. Reaktionen zwischen Brom und Jodid sowie Bromat und Bromid 146. — Reaktion zwischen Bromat und Jodid 147.

Britzke, M. E., Varšavskaja, L. N., und Ivancov, L. M. Spektralanalyse von metallischem Zink 122.

Brockmann, H., und Beyer, E. Oxypyrentrisulfosaures Natrium als Reagens für die Fluorographie 403.

Broida, H. P., siehe Levedahl, W. J.

Brooke, M. Bestimmung von Natriumchlorid in sulfidhaltigem Rohöl 451.

Brooks, S. C., siehe Cunningham, B.

Brotz, W., siehe Raff, P.

Brouwer, T. Mikronachweis von Theobromin und Coffein in Kakaoprodukten 77.

Brown, E. G., und Hayes, T. J. Bestimmung von Alginaten in den Ausrüstungsbädern von Reyon und Reyongarn 223.

Brown, H. B., siehe White, M. F.

Brown, J. S., siehe Fisher, F. B.

Brown, R. A. Massenspektrometrische Analyse von Primärbenzinen 128.

Brückner, H., siehe Bode, F.

Brüel, D., Holter, H., Linderstrøm-Lang, K., und Rozíts, K. Diffusionsmethodik zur Stickstoffbestimmung 297.

Bucci, F. Bestimmung von Thioglykolsäure 454.

Budde, E. F. Bestimmung von Fett in Hundekuchen 75.

Bürgin, A. Ausschüttelungsmethode zur Trennung der Antipyretica 228. — Ausmittelung von Giften 238.

Buis, D. M., und Jansen, H. Quecksilberbestimmung im Urin 394.

Bulachova, P. A., siehe Usatenko, Ju. I.

Bullock, B., und Kirk, P. L. Kaliumbestimmung als Chloroplatinat 370.

Buras und Reid, Konduktometrische Titrationsmethode 138.

Burbridge, T. M., siehe Divatia, U. J.

Burkhalter, T. S., siehe West, Ph. W.

Burkhardt, L. A., und Moore, D. W. Identifizierung von Tetrazolderivaten durch Kristallgitteruntersuchungen 72.

Burriel-Martí, F., Ramírez-Muñoz, J., und Fernández-Caldas, E. Bariumnachweis neben Vanadat 382.

Burstall, F. H., Swain, P., Williams, A. F., und Wodd, G. A. Chromatographische Trennung von Niob und Tantal 142.

Busch, H., Hurlbert, R. H., und van Potter, R. Trennung der Säuren des Citronensäure-Zyklus durch Anionenaustauschchromatographie 53.

Butenko, G. A., und Beklesov, G. E. Amperometrische Titrationsverfahren 137.

Call, A. O., und van Poucke, R. F. Bestimmung der Trockensubstanz in Futtermitteln und Molkereiprodukten 78.

O'Calla, P., siehe Moynihan, P.

Callow, N. H., Callow, R. K., und Emmens, C. W. Bestimmung der 17-Ketosteroide 79.

Callow, R. K., siehe Callow, N. H.

Calmon, C. Volumänderung von Ionenaustauschern 53.

Campbell, G. G., Tacker, Sh. A. Spektrophotometrische Bestimmung von p-tert.-Butylbrenzcatechin in Butadien 448.

Campbell, M. E., siehe Luke, C. L.

Campen, W. A. C. Bestimmung von Sand in Futtermitteln 78.

Canals, E., und Peyrot, P. Nachweis von Chininsulfat durch Fluorescenz 414.

Cannon, J. H. Mikroreaktionen auf Benzedrin 240.

Carlton, J. K., siehe West, Ph. W.

Carr, C. J., siehe Bell, F. K.

Casini, A., siehe Bovalini, E.

Cassidy, H. G. Abhängigkeit der R_f-Werte von den Versuchsbedingungen 199.

Cassidy, H. G., siehe Kowkabany, G. N.

Cave, G. C. B., und Hume, D. N. Colorimetrische Silberbestimmung 371.

Čeburkova, E. E. Fluorbestimmung in Schweißflußmitteln 221.

Čelechovský, J., und Okáč, A. Reaktion von Wismutsalzen mit Dimethylglyoxim und Ammoniak 381.

Čerkasov, V. M. Neue Redoxindicatoren 208.

Cervone, E., siehe Liberti, A.

Cesari, A., siehe Anselmi, Sc.

Chambers, D. S., siehe Spies, J. R.

Chandelle, R. Zirkon-Zinn-Trennung mit Arsanilsäure 422, 426.

Chapman, R. A., siehe Bartlet, J. C.

Chatt, E. M. Zuckerbestimmung in Gelee 444.

Chayen, J., siehe Fraser, R. D. B.

Chen jr., P. S., siehe Toribara, T. Y.

Chevenard, P., siehe Duval, C., Inorganic thermogravimetric Analysis 273.

Chlebovský, F., und Brháček, L. Potentiometrische Bestimmung von Zn, Cu und Sb 379.

Christman, A. A., und Mitarb. Kohlenoxydbestimmung mit Palladiumchlorid 439.

Cieleszky, W., und Josepovitz, J. Polarographische Hexachlorcyclohexananalyse 27.

Cimerman, Ch., und Ariel, M. Antimonbestimmung in Blei- und Zinnlegierungen 306.

Claesson, S., siehe Tiselius, A.

La Clair, J. B. Bestimmung von Hexachlorcyclohexan durch Dehydrochlorierung 26.

Clark, G. L., und Sprague, R. S. Analyse von hydratisiertem dolomitischem Kalk 450.

Clegg, D. L., siehe Müller, R. H.

McClellan, D. B., siehe Schreiber, A. A.

Cockaday, R. E., siehe Britton, H. T. S.

Coetzee, F. J. Alkalimetrische Kupfer- und Quecksilberbestimmung 103.

Colpé, G., siehe Jakovliv, G.

Conelly, J. A., siehe Willits, C. O.

O'Connor, R. T., und Heinzelman, D. C. Linienbreiten-Verfahren zur Spektrogrammauswertung 274.

Consden, R., Gordon, A. H., und Martin, A. J. P. Elektrolytische Entsalzung von Lösungen 289.

Cook, G. L., siehe Kinney jr., J. W.

Cooper, S. R., und Morris, J. B. Hydroxylaminbestimmung mit Cer (IV)-sulfatlösung 380. — Siehe auch Woodson, A. L.

Corr jr., Th., und Smith, D. C. Polarograph 129/30.

Couch, D. H., und Pigman, W. Polarographische Bestimmung von Inosose 134.

McCready, R. M., Guggolz, J., Silviera, V., und Owens, H. S. Colorimetrische Glucosebestimmung mit Anthron 204.

Cremer, H. D., und Tiselius, A. Nachweis von Proteinen 293. — Elektrophoreseapparatur 294.

Crokaert, R. Chromatographische Bestimmung von Panthenol 463.

Crokaert, R., Moore, S., und Bigwood, E. J. Bestimmung von Pantothensäure im Harn 462.

Cuendet, L. S., siehe Boggs, L. A.

Cunningham, B., Kirk, P. L., und Brooks, S. C. Kaliumbestimmung als Chloroplatinat 370.

Cvik, S. M., siehe Aleksandrov, G. V.

Dacenko, O. V. Analyse von Chrommagnesitsteinen 222.

Daigle, E. C., und Young, H. A. Rechenmethode zur Auswertung von massenspektrometrischer Analyse 128.

van Dalen, E., siehe Graham, R. P.

Dalley, R. A. Bestimmung von Linolensäure durch Überführung in Hexabromid 75.

Dalton, W. G., siehe Sage, C. E.

Dangl, F., und Nietsch, B. Bestimmung von Erdölprodukten in Brunnenwasser 388.

Danz, H., siehe v. Schivizhoffen, E.

Davidson, J. Magnesiumbestimmung in Pflanzenmaterial 450.

Davies, R. E., Kornberg, H. L., und Wilson, G. M. Flammenphotometrische Bestimmung von Natrium in Knochen 41.

Davies, W. C., siehe Furness, W.

Davis, R. B., McMahon, J. M., und Kalnitsky, G. Papierchromatographische Trennung von Vitamin D von anderen Steroiden 290.

Day, E. D. Colorimetrische Bestimmung von Thymin 227.

Day, E. D., und Mosher, W. A. Thyminbestimmung 227.

Day, M., siehe Kelsey, H. S.

Dayton, S., siehe Seifter, S.

De, A. K., siehe Majumdar, A. K.

Deffner, G., siehe Grassmann, W.

Demus, H. Bestimmung von Schwefelkohlenstoff in der Luft, im Blut und im Harn 460.

Denison jr., F. W., und Phares, E. F. Papierchromatographische Bestimmung organischer Säuren 202.

Denk, G. Über eine alkalimetrische Bestimmungsmethode von Kupfer, Quecksilber und Nickel 103 [Or].

Desbaumes, P., siehe Deshusses, J.

Deshmukh, G. S., und Sankaranarayanan, K. M. Bestimmung von Selen als Quecksilber)II)-selenit 68.

Deshmukh, G. S., und Sant, B. R. Jodometrische Ferricyanidbestimmung 69.

Deshusses, J., und Desbaumes, P. Bestimmung von Trichloräthylen in der Luft 149.

Dewald, W., und Schmidt, H. Bariumchloridmethode zur Phosphatbestimmung 311.

Dhéré, Ch. Porphyrinnachweis durch Fluorescenz 414.

Diekmann, A., siehe Neuwald, F., sowie Zöllner, G.

Dijkstra, F., siehe den Herder, P. C.

Dimler, R. J., Schaefer, W. C., Wise, C. S., und Rist, C. E. Papierchromatographische Bestimmung von d-Glucose und ihrer Oligosaccharide 203.

Divatia, U. J., Hine, Ch. H., und Burbridge, T. M. Bestimmung von Tetraäthylthiuramdisulfid (Antabus) 229.

Diviš, L. Mikronachweis von Kupfer 209.

Diviš, L., und Škoda, J. Mikrobestimmung von Kupfer 210.

Djukov, A. B., siehe Tananaev, I. V.

Dlezek, J. Polarographische Zuckerbestimmung in Gerbstoffextrakten 360.

Dodson, M. J., siehe Abbott jr., L. D.

Doležal, J., siehe Přibil, R., sowie Simon, V.

Domanský, R. Polarographische Pentosanbestimmung in Cellulose 360. — Potentiometrische Bestimmung von Furfurol 305.

Domask, W. G., und Kobe, K. A. Chlorbestimmung in Chloriden und Chlorhydrinen 440.

Dombrow, M., siehe Beckett, A. H.

Domleo, A. P., siehe Adamson, D. C. M.

Donahue, J. F., siehe Arthur, P.

Donaldson, K. O., siehe Marshall, L. M.

Doorgeest, T., siehe Aten jr., A. H. W.

Drako, O. F., siehe Babko, A. K.

Dresbach, M., siehe Knudson, A.

Drude, P. DK-Werte organischer Verbindungen 163.

Dubois, M., siehe Boggs, L. A.

Dugan jr., L. R., und Petheram, M. Bestimmung von Pferdefett neben Schweine- und Rinderfett 75.

Dumazert, C., und Valensi, G. Bestimmung der neutralen 17-Ketosteroide im Blut 79.

Dunn, M., siehe Rockland, L.

Durrum, E. L. Elektrophoreseapparatur 294.

Duval, C. Inorganic thermogravimetric Analysis 273 [L].

Duyckaerts, G., und Pitance, T. Amperometrische Bestimmung von arseniger Säure 364.

Ebel, J.-P., siehe Volmar, Y.

Eberius, E. Wasserbestimmung nach dem Karl-Fischer-Verfahren in der Sprengstoffchemie 153.

Ebert, G. Ergebnisse einiger Reinheitsprüfungen mit Hilfe der dieelektrometrischen Analyse 161 [Or].

Eccleston, B. H., Morrison, M., und Smith, H. M. Polarographische Bestimmung von elementarem Schwefel in Rohölen 348.

Ehrenthal, E., siehe Boggs, L. A.

Eichhoff, H.-J., und Geil, H. Spektralanalytische Borsäurebestimmung im Harn 126.

Eisenberg, W. C. Nachweis von Benadrylhydrochlorid, Pyranisaminmaleat und Pyribenzaminhydrochlorid 227.

Eisenbrand, J. Beiträge zur Fluorimetrie. I. Über die Abhängigkeit der Fluorescenzintensität von der Verdünnung fluorescierender Lösungen und über die Bestätigung des Beerschen Lichtabsorptionsgesetzes auf indirektem Wege bis in hohe Verdünnungen 401 [Or].

Ellenbogen, W. C., siehe Keller, R. E.

Elliot, A., siehe Lumpkin, H. E.

Elliott, W. E. Calciumbestimmung im Blutserum durch Komplexontitration 236.

Ellis, G. H., Zook, E. G., und Baudisch, O. Borsäurebestimmung 224.

Elson, L. A., siehe Morgan, W. T. J.

Emmens, C. W., siehe Callow, N. H.

Ennor, A. H., und Rosenberg, H. Bestimmung von anorganischem Phosphat in biologischem Material 236.

Ensminger, L. G. Photometrische Bestimmung von Vanillin und Cumarin 159.

Enzinger, J. Apparatur zur Papierelektrophorese 292.

Epps, E. A. Bestimmung der citratlöslichen Phosphorsäure 393.

Eptons, S. R. Methylenblaumethode zur Bestimmung waschaktiver Substanzen 157.

Erdey, L., siehe Mázor, L.

Erlenmeyer, H., siehe Seiler, H., sowie Weiss, A.

Ernster, L., Zetterström, R., und Lindberg, O. Phosphatbestimmung in biologischem Material 236.

Ettinger, M. B., und Ruchhoft, C. C. Bestimmung von chlorierten o-Kresolen in Wasser 387.

Evans, W. C., und Partridge, M. W. Verteilungschromatographische Trennung von Hyoscin und Hyoscyamin 141.

Eynon, L. J., siehe Lane, J. H.

Fabre, I. R., Truhaut, R., und Berrod, F. Kohlenoxydbestimmung im Blut 459.

Fabre, R., siehe Bayle, E.

Fadeeva, Z. A., siehe Terentev, A. P.

Fallab, S., siehe Weiss, A.

Fasler, A., siehe Streuli, H.

Fedosov, M. V. Colorimetrische Phosphatbestimmung 214.

Fehér, F., siehe Fresenius-Jander Handbuch der analytischen Chemie 272.

Feigl, F., Anger, V., und Zappert, R. Reaktionen von Hydrazinen mit G-Orange und Chromazonrot A 185.

Feigl, F., und Goldstein, D. Kupfernachweis in Alkalicyanidlösungen 154.

Feigl, F., und Schaeffer, A. Nitratbestimmung 212.

von Fellenberg, Th. Empfindlichkeit der Schleimsäurereaktion nach Kent und Tollens 306.

Ferguson, J. R., und Verdier, E. T. Polarographische Eisenbestimmung in Bodenextrakten 359.

Fernández-Caldas, E., siehe Burriel-Martí, F.

Fetzer, W. R. Untersuchungsmethoden von Stärke und Traubenzucker 445.

Fischer, H. Löslichkeit von Kobaltnitrosonaphthol in organischen Lösungsmitteln 175.

Fischer, H., und Leopoldi, G. Quecksilberbestimmung durch Mischfarbencolorimetrie 394.

Fischer, R., und Langhammer, T. Bestimmung des Jodgehaltes der Luft 149.

Fischer, R., und Resch, H. Bestimmung ätherischer Öle in pflanzlichen Ölbehältern 225.

Fischer, W., siehe H. u. W. Biltz, Ausführung quantitativer Analysen 272.

Fisher, D. C., und Roberts, E. D. Analyse von Stapelfasermischungen 157.

Fisher, F. B., und Brown, J. S. Cyanidbestimmung in Rauchgasen und Abwasser 449.

Fister, H. J. Kohlenoxydbestimmung in Blut 439.

Flaschka, H. Bleinachweis in Zinkweiß 156. — Komplexometrische Mikrobestimmung von Natrium 370.

Flaschka, H., und Amin, A. M. Die maßanalytische Bestimmung des Indiums mit Äthylendiamintetraessigsäure 6 [Or].

Flynn, F. V., und de Mago, P. Apparatur zur Papierelektrophorese 292.

Förster, Th. Oxypyrentrisulfosäure als Fluorescenzindicator 403.

Fog, J. Korrekturverfahren für Trübungen bei photometrischen Bestimmungen 43.

Foreman, J. K., siehe Britton, H. T. S.

Fowler, S., und Kaye, R. C. Polarographische Bestimmung von Riboflavin 49.

Fraser, R. D. B., und Chayen, J. Bestimmung von Nucleinsäure in Geweben 238.

Frediani, H. A., siehe Salkowsky, C. R.

Freeman, J. H. Papierchromatographische Trennung von Mono- und Polymethylolphenolen 291.

Freiser, H., siehe Hilliard, L. B.

Frese, G., siehe Hiller, E.

Fresenius, W., und Jander, G. Handbuch der analytischen Chemie. Zweiter Teil, Band VII. Elemente der siebenten Gruppe 272 [L]. — Dritter Teil, Band VIa α. Elemente der sechsten Hauptgruppe I. 272 [L].

Frey, H. E. Methoden zur chemischen Analyse von Gummimischungen 306 [L].

Friedberg, F., siehe Marshall, L. M.

Fritz, J. S. Titrationen in nichtwäßrigen Lösungsmitteln 50. — Titration von organischen Säuren in nichtwäßrigen Lösungen 83.

Fritz, N. D., siehe Moeller, T.

Frost-Jones, R. E. U., und Yardley, J. T. Calcium- und Zirkoniumbestimmung mit Chloranilsäure 376.

Fürstenau, E., siehe Gad, G.

Fujinaga, T., siehe Ishibashi, M.

Fuks, N. A. Aktivierung von Aluminiumhydroxyd für die chromatographische Analyse 139.

Funcke, S., siehe Kaufmann, H. P.

Furman, N. H., siehe Adams, R. N., sowie Taylor, R. P.

Furness, W., und Davies, W. C. Polarographische Bestimmung von Tetrathionat neben anderen Sauerstoffsäuren des Schwefels 47.

Gad, G. und Fürstenau, E. Härtebestimmung im Wasser 151.

Gagliardi, E., siehe Musil, A.

Ganzburg, G. M., siehe Gauchman, M. S.

Gardner, K. Bestimmung von chlorierten o-Kresolen in Wasser 387.

Garner, R. J. Kreatininbestimmung in biologischen Flüssigkeiten 398.

Gastinger, E. Über die quantitative Bestimmung von Gallium neben Aluminium und Zink mittels Kupferron 244 [Or]. — Über eine quantitative Bestimmungsmethode von Gallium in technischen Aluminiumlegierungen 252 [Or]. — Beitrag zur spektralphotometrischen Kaliumbestimmung mit Dipikrylamin 335 [Or].

Gauchman, M. S., Reznik, B. E., und Ganzburg, G. M. Bestimmung von Mn, Cr und V in Stählen 219.

Gautier, J.-A. Neue Theorie der Säuren und Basen 296.

Gautier, J.-A., und Leroi, E. Zinkbestimmung in Medikamenten 455.

Gedick, P. Stickstoffbestimmung in Serumeiweiß 461.

Geil, H., siehe Eichhoff, H.-J.

Geilmann, W., und Wrigge, F. W. Bestimmung von Gallium mit 8-Oxychinolin 254.

Genis, M. Ja., siehe Grenberg, E. I.

Gericke, S., und Kurmies, B. Colorimetrische Phosphorsäurebestimmung in Pflanzensubstanzen 392.

Gibaud, M. Jodometrische Manganbestimmung 384.

Gibbons, D., siehe Belcher, R.

Gibbs, H. D. Reagens auf Kresole 387.

Gillis, J. Empfindlichkeit analytischer Reaktionen 295.

Goldbaum, L. R. UV-spektrophotometrische Bestimmung von Barbituraten 456.

Goldberg, J. L. Maßanalytische Bestimmung von Jodid 52.

Goldschmidt, S., Koerber, B., und Helmreich, E. Bestimmung von Strophantidin und den Glucosiden des k-Strophantins 232.

Goldschmied, P., siehe Riccoboni, L.

Goldstein, D., siehe Feigl, F.

Goossens, N., siehe Berkhout, H. W.

Gorbach, G., und Schäfer, P. Bestimmung von Di- und Trisacchariden 72. — Mikrobestimmung von reduzierendem Zucker mittels Fehlingscher Lösung 72.

Gordon, A. H., siehe Consden, R.

Gore, D. N., und Adshead, J. M. Papierchromatographischer Nachweis von Alkaloiden 207.

Gotô, H., und Ikeda, S. Wolframbestimmung in Eisen und Stahl 309.

Gotô, H., Ikeda, S., und Hirayama, T. Mikrobestimmung von Selen 383.

Gotô, H., und Kakita, Y. Berylliumbestimmung in Kupferlegierungen 373.

Gottlieb, S., und Marsh, P. B. Bestimmung von p-Chlorphenol 452.

Di Grado, C. J., siehe Kelsey, H. S.

Graham, R. P., van Dalen, E., und Upton, A. M. C. Polarographische Bestimmung von Zirkon in Magnesium-Legierungen 131.

Graichen, Ch., und Harrow, L. S. Untersuchung des Farbstoffes 1-(2-Nitro-4-methylphenylazo)-2-naphthol 317.

Grassmann, W., und Deffner, G. Apparatur zur Säulenchromatographie 139.

Grassmann, W., und Hannig, K. Papierelektrophoretische Analyse von Serumproteinen 293. — Papierelektrophorese 294.

Graue, G., siehe Oelsen, W.

Green, F. Ch., und Kay, L. M. Chromatographische Trennung und Isolierung von 2, 3-Dinitrophenylderivaten von Aminosäuren 433.

Greenslade Britton, H., siehe Britton, H. T. S.

Grenberg, E. I., und Genis, M. Ja. Amperometrische Bestimmung von Mangan, Chrom und Vanadin in Stahl 137.

Griebel, C. Mikronachweis von Wasserstoffperoxyd mit Vanillin 61.

Griswold, B. L., Humoller, F. L., und McIntire, A. R. Phosphatbestimmung 464.

Grunbaum, B. W., Schaffer, F. L., und Kirk, P. L. Mikrostickstoffbestimmung nach Kjeldahl 297.

Guarino, L. Morphinbestimmung 230.

Guarino, S., siehe Mariani, Au.

Günzel, Ch., und Weiss, F. Zur papierchromatographischen Trennung von Digitoxin und Gitoxin 89 [Or].

Guggolz, J., siehe McCready, R. M.

Gustafsson, Ch., Sundman, J., und Lindh, Th. Photographische Auswertung von Papierchromatogrammen 55. — Siehe auch Saarnio, J.

Guzatis, H., siehe D'Ans, J.

Gwatkins, G. H. R., siehe Pomeroy, P. R.

Haase, H., siehe Oelsen, W.

Hadorn, H., und Jungkunz, R. Analyse der Edelkastanie 74.

Hagedorn, P. Papierchromatographische Untersuchung von Urtinkturen des Homöopathischen Arzneibuches 206.

Hagelberg, R. R., siehe Schall, E. D.

Hahn, F. L. Nachweis von Blei in Zinkweiß 156.

Hakim, A., und Mirimanoff, A. Papierchromatographische Untersuchung alkaloidhaltiger Tinkturen 207.

Halbrook, N. J. Polarographische Bestimmung von Kupfer und Zink in Kunstdünger 47.

Hale, C. H. Polarographische Zelle 276.

Hall, J. L. Theoretische und praktische Aspekte der Hochfrequenztitration 283. — Hochfrequenztitrationsgerät 285.

Hall, M. Polarographische Schwefelbestimmung in Petroleum 358.

Hannig, K., siehe Grassmann, W.

Hardin, J. L., siehe MacIntire, W. H.

Harrow, L. S., und Heine jr., K. S. Prüfung von Farbstoffen 316. — Siehe auch Graichen, Ch.

Hart, P. C., siehe van Leeuwen, P. H.

Hartkamp, H., siehe Specker, H.

Hartmann, E., siehe Meyer, R.

Hashimoto, Y., und Mori, I. Hochfrequenzpapyrographie 286. — Registrierung farbloser Verbindungen auf Chromatogrammen 291.

Hashimoto, Y., siehe Kariyone, T.

Haslam, J., Russell, F. R., und Wilkinson, N. T. Bestimmung von Nickel und Mangan in Uran 389.

Hassall, C. H., und Lippman, A. E. Bestimmung herzwirksamer Glucoside 457.

Hasselbach, H., und Schwabe, K. Polarographische Bestimmung von γ-Hexachlorcyclohexan 27.

Hasselbach, C. H., siehe Meyer, K. H.

Hayashi, M., siehe Miyaki, K.

Hayden, A. L., siehe Heftmann, E.

Hayes, T. J., siehe Brown, E. G.

Hays, R., siehe Allen, H. R.

Hazel, J. F., siehe Santini jr., R. F.

Hecht, H., siehe Fresenius-Jander, Handbuch der analytischen Chemie 272.

Heftmann, E., und Hayden, A. L. Papierchromatographische Trennung von Steroidsapogeninen 59.

Heine jr., K. S., siehe Harrow, L. S.

Heinzelmann, D. C., siehe O'Connor, R. T.

Helmreich, E., siehe Goldschmidt, S.

Henly, A. A., und Potter, M. Bestimmung formaldehydbildender Steroide 79.

den Herder, P. C., und Dijkstra, F. Bu'yrometrische Fettbestimmung von dickflüssigen Milcherzeugnissen 78.

Herman, J. Polarographische Goldbestimmung 278.

Hermon, S. E., siehe Mills, E. C.

Herr, W. Aktivierungsanalyse 127. — Siehe auch Fresenius-Jander, Handbuch der analytischen Chemie 272.

v. Hevesy, G. Analytische Anwendungen der radiochemischen Arbeitsweise 126.

Hiller, E., Zinnert, F., und Frese, G. Papierchromatographische Bestimmung von Aminosäuren 205.

Hilliard, L. B., und Freiser, H. Chromatographische Trennung von Metall-Ionen 432.

Hine, Ch. H., siehe Divatia, U. J.

Hirayama, T., siehe Gotô, H.

Hjorth-Hansen, S. Bestimmung von Trimethylaminoxyd in Fischorganen 446.

Högl, O., siehe Portner, C.

Hoeres, K., siehe Bode, F.

Hoffman, W. S., siehe Jacobs, H. R. D.

Hol, P. J., und Leendertse, G. C. H. Bestimmung von Kalium in Natriumhexacyanoferrat(II) 62.

Hollstein, U., siehe Aten jr., A. H. W.

Holter, H., siehe Brüel, D.

Horak, O. Die Anwendung des Entwicklungsverfahrens zur Schwefelbestimmung in Chrommetall und Ferrochromsorten 255 [Or].

Horn, D. Analysengang zur Trennung häufig vorkommender Antipyretica 228.

Hornstein, I. Bestimmung von Hexachlorcyclohexan in Erdnüssen und im Boden 453. — Siehe auch Schechter, M. S.

Houston, F. G. Chromatographische Trennung und Bestimmung von Nicotin und Nornicotin 435.

Hrdý, O., und Šlouf, A. Fluorimetrische Bestimmung von Percain 457.

Huang, T.-Y. Bestimmung von Barbituraten durch Röntgenanalyse 228.

Hudgens, J. E. Analytische Arbeiten mit Hilfe von Tracer-Atomen 126.

Hudgens, J. E., und Nelson, L. C. Indiumbestimmung durch Neutronenaktivierung 430.

Hübener, H. J., Bode, F., Mollat, H. J., und Wehner, M. Chromatographische Harnstoffbestimmung in Harn usw. 205. — Siehe auch Bode, F.

Hughes, R. C. Anbringung pulverisierter Proben auf Graphitelektroden 275.

Hume, D. N., siehe Cave, G. C. B.

Humoller, F. L., siehe Griswold, B. L.

Hunold, G. A., und Schühlein, B. Nachweis von 3-(α-Phenyl-β-acetyläthyl)-4-oxycumarin 316.

Hunter, F. R. Fehlerquellen bei der flammenphotometrischen Kalium- und Natriumbestimmung im Blut 43.

Hunter, G. Colorimetrische Bestimmung von Thymin 227.

Huré, J., Kremer, M., und le Berquier, F. Berylliumbestimmung im Beryll 372.

Hurlbert, R. H., siehe Busch, H.

Ice, C. H., und Wender, S. H. Chromatographische Trennung der Flavonderivate 434.

Ikeda, S., siehe Gotô, H.

Illing, E. T. Mohlersche Reaktion auf Benzoesäure 240.

Ingram, G. B., und Southern, H. K. Polarographische Hexachlorcyclohexanbestimmung 26.

Inouye, Y., Onodera, K., Shishiyama, J., und Kitaoka, Sh. Papier-

chromatographische Trennung von N-Glucosiden 205.

McIntire, A. R., siehe Griswold, B. L.

MacIntire, W. H., Shaw, W. M., und Hardin, J. L. Bestimmung der citratlöslichen Phosphorsäure 393.

Ipach, E., siehe Wickert, K.

Irion, W., und Moosmüller, E. Anwendung der Papierchromatographie zur Beurteilung des Reaktionsverlaufes bei Hydrierungen 416 [Or].

Isherwood, F. A. Chromatographische Trennung an gepuffertem Kieselgel 141.

Ishibashi, M., und Fujinaga, T. Amperometrische Titrationen 363.

Ishibashi, M., und Shinagawa, M. Polarographische Bestimmung von Alkali- und Erdalkalimetallen 280.

van Itallie, L. Reaktion auf Thymol und Carvacrol 226.

Ivancov, L. M., siehe Britzke, M. E.

Jacobs, H. R. D., und Hoffman, W. S. Colorimetrische Kobaltbestimmung 235.

Jaffe, E. Colorimetrische Manganbestimmung als Triäthanolaminkomplex 385. — Mangannachweis als Mangan-(III)-Komplex mit Triäthanolamin 359.

Jahr, K. F., siehe Jander, G.

Jakovlev, P. Ja., siehe Penkova, E. E., sowie Tananaev, I. V.

Jakovleva, N. P. Spektralanalytische Bestimmung von Nickel und Cer in Magnesiumlegierungen 121.

Jakovliv, G., und Colpé, G. Chromatographische Identifizierung von Lebensmittelfarben 140.

Jander, G., und Jahr, K. F. Maßanalyse, Theorie und Praxis der klassischen und der elektrochemischen Titrierverfahren 40 [L]. — Siehe auch Fresenius, W.

Jansen, E., siehe Buis, D. M.

Jay, R. R. Polythionatbestimmung 383.

Jefferies, J. P., siehe Adamson, D. C. M.

Jelínková, V., siehe Přibil, R.

Jeník, J., siehe Přibil, R.

Jenkins, I. L., siehe Barker, G. C.

Jensen, E. H., siehe Lyttle, D. A.

Jensen, K. K., Bell, W. E., und Blacet, F. E. Aufzeichnungssystem für das Massenspektrometer 429.

Jerie, H. Mikrotitration schwacher Säuren 208.

Jessop, D. Polarographie der Mangan (III)-Komplexe mit Triäthanolamin 359.

Jílek, A., und Kot'a, J. Berylliumfällung mit Guanidincarbonat 373.

John, J. L. S. Analyse von Schädlingsbekämpfungsmitteln 314.

Johnson, B. H., siehe Woodson, A. L.

Johnson, L. H., siehe Baker, G. L.

Johnson, M. J., siehe Maxon, W. D.

Johnson, S. E., siehe Beveridge, J. M. R.

Jones, H. A., Ackermann, H. J., und Webster, M. E. Bestimmung von Piperonylbutoxyd 159/60.

Jones, S. W., siehe Wilkie, J. B.

Josepovitz, J., siehe Cieleszky, W.

Junck, E., siehe Müller, E.

Jungkunz, R., siehe Hadorn, H.

Jureček, M. Mercurimetrische Chlor- und Brombestimmung in organischen Verbindungen 302.

Jureček, M., und Večeřa, M. Mercurimetrische Chlor- und Brombestimmung in organischen Verbindungen 302.

Kagan, B. M., siehe Kaiser, E.

Kahan, S., siehe Fresenius-Jander, Handbuch der analytischen Chemie 272.

Kainz, G. Mikro-C-H-Bestimmung 296.

Kainz, G., und Resch, A. Mikrohalogenbestimmung in organischen Verbindungen 301.

Kaiser, E., und Kagan, B. M. Bestimmung von Vitamin A im Stuhl 400.

Kakita, Y., siehe Gotô, H.

Kalnitsky, G., siehe Davis, R. B.

Kalvoda, R., und Zýka, J. Amperometrische Bestimmung von Barbitursäurederivaten 365.

van de Kamer, J. H. Bestimmung der Fettsäuren im Faecalfett 396.

van de Kamp, F.-P., siehe Micheel, F.

Kapuscinsky, V., Moss, N., Zak, B., und Boyle, A. J. Flammenphotometrische Bestimmung von Ca und Mg in Serum 42.

Kariyone, T., Shimizu, Sh., und Hashimoto, Y., Ringpapierchromatographische Bestimmung von Methanol neben Äthanol sowie von R-Säure neben G-Säure 56.

Karl-Fischer-Titration, Wasserbestimmung in Eisen(III)-salzen 436.

Kathen, H., und Lang, K. Natriumbestimmung als Natriumzinkuranylacetat 370.

Katz, W., siehe Fresenius-Jander, Handbuch der analytischen Chemie 272.

Kaufman, Z. F., siehe Allen, H. R.

Kaufmann, H. P. Titrimetrische Bestimmung des Wassergehaltes von Fetten und Glycerin 74.

Kaufmann, H. P., und Baltes, J. Dienometrische Bestimmung von konjugierten Doppelbindungen 157.

Kaufmann, H. P., und Funcke, S. Bestimmung des Wassergehaltes von Fetten und Glycerin mittels Acetylchlorid 75.

Kautsky, H., und Müller, G. O. Nachweis von Sauerstoff durch Fluorescenzlöschung von Trypaflavin 414.

Kawaguchi, S., Bestimmung der Gallensäuren in der Galle 464.

Kay, L. M., siehe Green, F. Ch.

Kaye, R. C., siehe Fowler, S.

Keenan, G. L. Mikroreaktionen auf Benzedrin 240.

Kegeles, G., und Sober, H. A. Laufende interferometrische oder refraktometrische Untersuchung bei chromatographischen Trennungen 432.

Keller, R. E., und Ellenbogen, W. C. Bestimmung von d-Amphetamin in Körperflüssigkeiten 397.

Kelley, M. T., und Miller, H. H. Polarographie stark verdünnter Lösungen 129.

Kelly, M. W. Destillationsapparatur zur Borsäurebestimmung 224.

Kelsey, H. S., Day, M., Di Grado, C. J., und Bodden, A. Bestimmung von Aureomycin in Futtermitteln 317.

Kéthelyi, J., siehe Schulek, E.

De Keuning, J. C. Untersuchungsmethoden von Thymianpräparaten 226.

Kibrick, A. C., Palmer, D., und Skupp, S. Calciumbestimmung im Serum 394.

Kibrick, A. C., Ross, M., und Rogers, H. E. Calciumbestimmung im Blutserum 235.

Kier, L. C. Bestimmung von Cholsäure und Desoxycholsäure 399.

Kimura, T., siehe Takeda, K.

Kindt, B. H., Balis, E. W., und Liebhafsky, H. A. Phosphatbestimmung neben Calcium, Trennung durch Ionenaustausch 53.

King, A. V. Apparat zur Borbestimmung mit Chinalizarin 369.

Kinney, jr., J. W., und Cook, G. L. Massenspektrometrische Identifizierung von Thiophen- und Benzolhomologen 129.

Kirby, H. W. Bestimmung eines Radioisotops in Gegenwart seiner radioaktiven Tochtersubstanz 431.

Kirk, P. L., siehe Bullock, B., Cunningham, B. sowie Grunbaum, B. W.

Kirsten, W. Bestimmung der Halogene in organischen Verbindungen 300.

Kitaoka, Sh., siehe Inouye, Y.

Kivalo, P., siehe Laitinen, H. A.

Klement, R. Eisen-Uran-Trennung durch Kationenaustauscher 168.

Klemperer, F. W., und Martin, A. P. Berylliumbestimmung 374.

Klenk, E., und Bongard, W. Chromatographische Trennung aliphatischer Säuren 141.

Knight, S. B., und Peterson, M. H. Flammenphotometrische Bestimmung von Natrium in Salzen organischer Säuren 41.

Knudson, A., und Dresbach, M. Bestimmung der Digitalisglucoside 319.

Kobe, K. A., siehe Domask, W. G.

Kobrová, M., siehe Přibil, R.

Koch, R., siehe Boggs, L. A.

Kočneva, E. G. Photometrische Bestimmung von Zink 211.

Köck-Molnar, K., siehe Rappaport, F.

Köhnlein, J., und Lücke, K.-E. Flammenphotometrische Bestimmung von Calcium in Bodenauszügen 42.

Koerber, B., siehe Goldschmidt, S.

Kőrös, E., siehe Schulek, E.

Kössler, I., siehe Matyska, B.

Köszegi, D., und Salgó, E. Bestimmung von Strychninnitrat und Chinidinsulfat 457.

Kofler, A. Glaspulvermethode zur Hexachlorcyclohexanbestimmung 26.

Kofler, E. Analyse von im Blut absorbierten Gasen 458.

Kolšek, J. Eine photometrische Methode zur Bestimmung kleiner Mengen Yohimbin [Or] 186. — Eine photometrische Methode zur Bestimmung von Anaesthesin und einiger aromatischer Amine an Hand der Lauthschen Reaktion 426 [Or].

Kolthoff, I. M., und Bendix, G. H. Kaliumbestimmung mit Dipikrylamin 335, 364.

Kolthoff, I. M., und Parry, E. P. Polarographische Bestimmung von Osmium 277.

Komárek, K. Polarographische Thoriumbestimmung 279. — Polarographische Bestimmung kleiner Basenmengen 280.

Komarovskij, A. G. Spektralanalytische Bestimmung von Magnesium in Gußeisen 123. — Spektralanalytische Borbestimmung in Legierungen und Stählen 124.

Komenda, J. Nachweis von Cer(IV) mit Quercetinlösung 378.

Komissarenko, V. S. Spektralanalytische Bestimmung der Beimengungen in metallischem Cadmium 123.

Kordatzki, V. Grundlagen der potentiometrischen p_H-Messung 295.

Korenman, I. M., und Beljakov, A. A. Mikrokristallnachweis von Nitraten und Nitriten 213.

Kornberg, H. L., siehe Davies, R. E.

Koršun, M. O., und Ševeleva, N. S. Gleichzeitige Bestimmung von C, H und S in organischen Verbindungen 297.

Korž, P. D. Spektralanalyse von Eisenerzen 125.

Kosfeld, G., siehe Thoenes, H. W.

Kot'a, J., siehe Jílek, A.

Kowkabany, G. N., und Cassidy, H. G. Abhängigkeit der R_f-Werte von den Versuchsbedingungen 198.

Kramer, H. P., Moore, W. A., und Ballinger, D. G. Amperometrische Jodbestimmung 137.

Krantz, J. C., siehe Bell, F. K.

Kraybill, H. R., siehe Mitchell jr., J. H.

Krchma, J. J., siehe Williams, I. W.

Kremer, M., siehe Huré, J.

Krieg, A. Oxypyrentrisulfosaures Natrium als fluorescierendes Reagens 403.

Kritchevsky, T. H., und Tiselius, A. Umkehrphasenchromatographie 89.

Kubina, H., und Plichta, J. Wismutnachweis mit Dimethylglyoxim 381.

Kucharský, J., siehe Přibil, R.

Kudelja, E. S. Spektralanalytische Bestimmung von Aluminium in Stählen 124.

Kuether, C. A., siehe Roe, J. H.

Kuhn, R., und Roth, H. Mikrobestimmung von Benzoylgruppen 81.

Kuhn, R., und Vetter, H. Vitamin B_1-Nachweis durch Fluorescenz 414.

Kujazeva, R. N., siehe Syrokomskij, V. S.

Kurmies, B., siehe Gericke, S.

Kutschinsky, A. H., und Luce, E. N. Colorimetrische Bestimmung des Acaricides p-Chlorphenyl-p-chlorbenzolsulfonat 452.

Kwasniewski, V. Gerbsäurereaktion auf Opium 231.

Lacourt, A., Sommereyns, Gh., und Wantier, G. Papierchromatographische Technik für anorganische Trennungen 200. — Chromatographische Trennung von Al, Ti und Fe 202.

Laitinen, H. A., und Kivalo, P. Fluorimetrische Berylliumbestimmung in biologischem Material 374.

Lalement, S., siehe Maurel, A.

Lambert, R. H., Kupferbestimmung auf Grund der Katalyse der Resorcin-Autoxydation 437.

Lane, J. H., und Eynon, L. J. Bestimmung der reduzierenden Zucker 445.

Lang, K., siehe Kathen, H.

Lang, W. Apparatur zum Chromatographieren 91.

Langhammer, T., siehe Fischer, R.

Laurene, A. H. Bestimmung von Wasser durch Karl-Fischer-Titration 436.

Lazarev, M. M. Polarographische Bestimmung von Blei in manganhaltigen Kupfer-Berylliumlegierungen 130.

McLean, D. A., siehe Peek jr., R. L.

Lebeau und Bedel. Reagens zur CO-Absorption 459.

Lebeau und Domiens. Reagens zur C_2H_2-Absorption 459.

Lederer, M., siehe Bouissières, G.

Leendertse, G. C. H., siehe Hol, P. J.

van Leeuwen, P. H., und Hart, P. C. Polarographische Bestimmung von Zink in Lebergewebe 357.

Leffler, N., siehe Surak, J. G.

Lehmann, und Michaelis Adrenalinnachweis durch Fluorescenz 414.

Leo, R. Untersuchung von Silicatschlacken, Schamotten usw. 313.

Leopoldi, G., siehe Fischer, H.

Leroi, E., siehe Gautier, J.-A.

Levedahl, W. J., und Broida, H. P. Emissionsspektra von Heptan-Luftgemischen 276.

Leveque, M. P., und Roth, F. Differentialpolarogramme 44.

Lévy, R. Halogenbestimmung in organischen Verbindungen 301.

Liang, Sh.-Ch., und Lu, K.-J. Bleibestimmung und -trennung von Antimon 212.

Liberti, A., und Cervone, E. Amperometrische Bestimmung von Thioharnstoff mittels Jodlösung 50.

Liebhafsky, H. A., siehe Kindt, B. H.

Liebknecht, O., siehe Fresenius-Jander, Handbuch der analytischen Chemie 272.

Lindberg, O., siehe Ernster, L.

Lindenbaum, S., siehe Rieman III, W.

Linderstrøm-Lang, K., siehe Brüel, D.

Lindgen, E., siehe Rodeck, H.

Lindh, Th., siehe Gustafsson, Ch.

Linhart, F. Polarographische Bestimmung von Gold in Harn 46. — Polarographische Goldbestimmung 278. — Polarographische Bestimmung von Palladium neben Gold und Platin 278.

Lippman, A. E., siehe Hassall, C. H.

Lissitzky, S., und Michel, R. Papierchromatographische Analyse radioaktiv markierter organischer Substanzen 286.

Livingston, A. L., siehe Bickhoff, E. M.

Löwe, K. F. DK-Werte organischer Verbindungen 163.

Long, M. C., siehe White, L. M.

Lora-Tamayo, M. Dienometrische Bestimmung von konjugierten Doppelbindungen 158.

Lorenz, J. Bestimmung von Kohlenoxyd in Abgasen mittels des Ultrarot-Absorptionsschreibers „Uras" 44.

Lowen, W. K., und Baker, H. M. Bestimmung des Herbicids CMU 452.

Lu, K.-J., siehe Liang, Sh.-Ch.

Luce, E. N., siehe Kutschinski, A. H.

Lucentini, R. Nachweis von Sesamöl 444.

Lücke, K.-E., siehe Köhnlein, J.

Luke, C. L. Aluminiumbestimmung in Blei, Antimon, Zinn und ihren Legierungen 308.

Luke, C. L., und Braun, K. C. Aluminiumbestimmung mit Aluminon 307. — Reagens zur Berylliumbestimmung 374.

Luke, C. L., und Campbell, M. E. Photometrische Berylliumbestimmung 374.

Lumpkin, H. E., und Thomas, B. W. Massenspektrometrische Bestimmung von Aromaten 128.

Lumpkin, H. E., Thomas, B. W., und Elliot, A. Massenspektrometrische Kohlenwasserstoffgruppenanalyse 128.

Lundén, L., siehe Samuelson, O.

Lurje, Ju. Ju., und Nikolaeva, Z. V. Colorimetrische Bestimmung von Ca und K in Wasser 150.

Luzina, G. S. Bestimmung kleiner Alkalimengen in der Luft 148. — Siehe auch Berkovič, M. T.

Lyons, H. siehe Arthur, P.

Lyons, Th. G., siehe West, Ph. W.

Lyttle, D. A., Jensen, E. H., und Struck, W. A. Bestimmung von Natriumborhydrid 450.

Ma, T. S., und Zuazaga, G. Mischindicator 299.

Maas, H., siehe Winkel, A.

Macek, K., und Tadra, M. Papierchromatographischer Nachweis von Ketosäuren der Zuckerreihe 57.

Macheboeuf, M., siehe Munier, R.

Mader, W. J., siehe Neuss, J. D., Saegers, W. J., sowie Salkowsky, C. R.

Magasanik, B., siehe Umbarger, H. E.

Magnuson, H. J., und Watson, E. B. Arsenbestimmung in Obst und Gemüse 444.

de Mago, P., siehe Flynn, F. V.

Al-Mahdi, A. K., und Wilson, C. L. Chromatographische Trennung von Metall-Ionen 140.

McMahon, J. M., siehe Davis, R. B.

Mahr, C. Anorganisches Grundpraktikum 273 [L].

Mahr, C., und Otterbein, H. Eine neue Methode zur Bestimmung von Chlorid in Halogenidgemischen 261 [Or].

Maier, F. J., siehe Megregian, St.

Majumdar, A. K., und De, A. K. Bestimmung von Cadmium und seine Trennung von Kupfer 63.

Majumdar, A. K., und Mallick, A. K. Kupfer- und Cadmiumbestimmung mit 5,6-Benzochinaldinsäure 63.

Makareva, S. P., siehe Zelikman, S. G.

Mallick, A. K., siehe Majumdar, A. K.

Malmstadt, H. V., siehe Blaedel, W. J.

Malowan, S. Nachweis von Yohimbin 186.

Mannheimer, M. Fluoridnachweis durch die Ätzprobe 384.

Manuele, R., und Sosa, J. Polarographische Analyse von Aluminiumlegierungen 132.

Marcus, R. A., und Winkler, C. A. Salpetersäurebestimmung in Essigsäure-Essigsäureanhydridlösung 381.

Mariani, Au., Guarino, S., und Mariani Marelli, O. Colorimetrische Morphinbestimmung 457.

Mariani Marelli, O., siehe Mariani, Au.

Maričova, D., siehe Přibil, R.

Marks, M. A., siehe Blackmore, A. P.

Márquez, J. F., siehe Soloni, F. G.

Marsh, P. B., siehe Gottlieb, S.

Marshall, E. K., siehe Bretton, A. C.

Marshall, L. M., Donaldson, K. O., und Friedberg, F. Chromatographische Trennung organischer Säuren 434.

Martin, A. J. P., siehe Consden, R.

Martin, A. P., siehe Klemperer, F. W.

Martinovich, R., siehe Surak, J. G.

Marx, Th. Vitamin C-Bestimmung mit 2,6-Dichlorphenolindophenol 447.

Mašek, J. Polarographische Bestimmung von Nitrat und Nitrit 47.

Mathers, A. P., und Schoeneman, R. L. Polarographische Bestimmung von Benzaldehyd in Wein 49.

Matsumoto, K. Polarographische Bestimmung von Morphin 362.

Matsumoto, T. Bariumbestimmung mit Oxalsäure 377.

Matveeva, K. A., siehe Tananaev, I. V.

Matyska, B., und Kössler, I. Polarographische Untersuchung der Komplexe von Quecksilber mit Äthylendiamintetraessigsäure 130.

Maurel, A., und Lalement, S. Untersuchung von Vanilleextrakten auf Verfälschungen 224.

Maxon, W. D., und Johnson, M. J. Photometrische CO_2-Bestimmung 378.

Mayer, A., und Bradshaw, G. Photometrische Bestimmung von Zirkon mittels Alizarin S 65.

Mázor, L., und Erdey, L. Bestimmung von Vanadin durch Titration mit Perjodatlösung 67.

Mecarelli, E., siehe Anastasi, A.

Meerson, G. A., und Samsonov, G. V. Bestimmung von freiem Kohlenstoff in Borcarbid 310.

Megregian, St., und Maier, F. J. Bestimmung von Fluorid in Trinkwasser 152.

Meijst, M., siehe van Arkel, C. G.

Meissner-Klebermass, F., siehe Zuckerkandl, F.

Meites, L., und Sturtevant, J. M. Automatische Messung der Tropfzeit einer Quecksilbertropfelektrode 276.

Mercer, R. A., und Williams, A. F. Chromatographische Niob- und Tantalbestimmung 144.

Meyer, H., siehe Meyer, R.

Meyer, K. H., Hasselbach, C. H., und Boissonnas, R. A. Bestimmung der Ascorbinsäure in den Nebennieren 400.

Meyer, R. Die Bestimmung von Hydrazinen und Aldehyden sowie deren Sulfonsäuren mittels G-Orange und Chromazonrot A als Indicatoren 184 [Or].

Meyer, R., und Hartmann, E. Bestimmung von Benzoylgruppen 81.

Meyer, R., und Meyer, H. Bestimmung von Benzoylgruppen 81.

Meyer, R. J., und Speter, M. Fällung von Thorium als Jodat 279.

Michaelis, siehe Lehmann, G.

Micheel, F., und van de Kamp, F.-P. Trennung von Zuckergemischen mittels Elektrophorese und Papierchromatographie 294.

Micheel, F., und Schierholt, J. Colorimetrische Bestimmung geringer Anilinmengen durch Farbreaktion mit Chlorkalk 69.

Michel, R., siehe Lissitzky, S.

Miescher, K. Nachweis von Steroidhormonen 90.

Miller, B. S., siehe Refai, F. Y.

Miller, C. F. Wismutnachweis mit Dimethylglyoxim 381.

Miller, H. H., siehe Kelley, M. T.

Miller, J. F. Bestimmung von Cerium mit Atoxyl 422, 426.

Millner, O. I. Schwefelbestimmung in Petroleum durch Hochfrequenztitration 284.

Mills, E. C., und Hermon, S. E. Polarographische Nickelbestimmung in Aluminiumlegierungen 132.

Milner, G. W. C., und Nall, W. R. Analysenmethoden für Eisen- und Nichteisenlegierungen 390.

Milone, M., und Borello, E. Analyse von Hexachlorcyclohexanpräparaten durch Ultrarotspektroskopie 315.

Milton, R. F., und Waters, W. A. Bestimmung von Thymol und Carvacrol 226.

Mirimanoff, A., siehe Hakim, A.

Mišarin, G. I., und Suchenko, K. A. Spektralanalytische Bestimmung von Cr, Mn, Ni, Si, Mo, Ti und V in hochlegiertem Stahl 125.

Mitchell jr., J. H., Kraybill, H. R., und Zscheile, F. P. Spektrophotometrische Bestimmung von Linolensäure 75.

Mitchell, L. C. Papierchromatographische Bestimmung Halogeninsecticiden 58.

Mitsuhashi, H. Bestimmung von Santonin 235.

Miyaki, K., Momiyama, H., und Hayashi, M. Papierchromatographische Bestimmung von Thiamin (Vitamin B_1) 60.

Le Moan, G. Kohlenoxydbestimmung im Blut 459.

Moeken, H. P., siehe Aten jr., A. H. W.

Moeller, T., und Fritz, N. D. Thoriumbestimmung als Jodat 279.

Mojžís, J. Polarographische Bestimmung von Mangan 359.

Moll, K. L. H. Dielektrizitätskonstante organischer Stoffe 162ff.

Mollat, H. J., siehe Hübener, H. J.

Molt, E. L. Bestimmung von unterchloriger Säure im Trinkwasser 151.

Momiyama, H., siehe Miyaki, K.

Monferrino, A. Metallbestimmung mit Atoxyl 422, 426.

Monkman, J. L., siehe Rennie, R. P.

Monnier, D., und Rusconi, Y. Polarographische Bestimmung von Tyrosin 135. — Siehe auch Besso, Z., sowie Wenger, P.-E.

Montequi, F. Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid durch Oxydation mit Dichromat 234.

Moore, D. W., siehe Burkardt, L. A.

Moore, S., siehe Crokaert, R.

Moore, W. A., siehe Kramer, H. P.

Moorhoff, C. F. Colorimetrische Bestimmung von Morphin in Mohnkapseln 230.

Moosmüller, E., siehe Irion, W.

Morgan, W. T. J., und Elson, L. A. Bestimmung von Acetylglucosamin 398.

Mori, I., siehe Hashimoto, Y.

Morris, J. B., siehe Cooper, S. R.

Morris, R. J., MacPhee, R. D., und Randall, E. L. Nachweis von Ersatzstoffen in Speisefetten 443.

Morrison, M., siehe Eccleston, B. H.

Mosher, W. A., siehe Day, E. D.

Moss, N., siehe Kapuscinski, V.

Mossel, D. A. A. Beeinträchtigung der Gärprobe durch Fluor 73.

Moyle, V., Baldwin, E., und Scarisbrick, R. Chromatographische Trennung aliphatischer Säuren 141.

Moynihan, P., und O'Calla, P. Papierchromatographische Trennung und Identifizierung der isomeren Hexachlorcyclohexane 58.

Müller, A. E. J. Nachweis der Arsengruppe 440.

Müller, E., und Junck, E. Potentiometrische Titration von Jodat mit Jodidlösung 146.

Müller, G. O., siehe Kautsky, H.

Müller, R. H., und Clegg, D. L. Abhängigkeit der R_f-Werte von den Versuchsbedingungen 198.

Müller, R. H., und Vogel, A. M. Titerstellung von Maßflüssigkeiten durch Messung der Leitfähigkeit 295.

Münster, C., siehe Wolf, S.

Muir, J. W. Colorimetrische Bestimmung der Phosphorsäure im Boden 393.

Mulder, H., siehe Radema, L.

Munier, R., und Macheboeuf, M. Entwicklung der Alkaloidtüpfel in der Papierchromatographie 207. — Papierchromatographische Technik 288.

Muntwyler, E., siehe Seifter, S.

Murakami, E. Bestimmung der Gallensäuren in der Galle 464.

Musha, S. Elektrophotometer 368. — Photoelektrische Bestimmung von Sulfiden 382.

Musil, A., Gagliardi, E., und Reischl, K. Trennung Arsen-Antimon-Zinn mit Thioformamid 342 [Or].

Musil, A., und Pietsch, R. Die Fällung von Kupfer mit Arsanilsäure 421 [Or].

McNabb, W. M., siehe Santini jr., R. F.

Nakabayashi, T., und Nishida, Sh. Papierchromatographische Trennung von Phenolen 203.

Nall, W. R., siehe Milner, G. W. C.

Neher, R., und Wettstein, A. Nachweis von Steroidhormonen 90.

Nelson, L. C., siehe Hudgens, J. E.

Neu, R. Nachweis von Metaphosphat mittels Benzylisothioharnstoffhydrochlorid 65. — Unterscheidung von Poly- und Metaphosphat durch selektive Fällung mit „Acivet" 66.

Neuss, J. D., Seagers, W. J., und Mader, W. J. Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid 233. — Siehe auch Saegers, W. J.

Neuwald, F. Wertbestimmung von Digitalisdrogen 319. — Siehe auch Zöllner, G.

Neuwald, F., und Diekmann, A. Geninbestimmungsmethode 320.

Neven, P., und van Tiggelen, A. Absorption von Wasserstoff aus Gasen 370.

Nielsch, W. Zur photometrischen Nickelbestimmung mit Dimethylglyoxim 267 [Or].

Nietsch, B., siehe Dangl, F.

Nikolaeva, Z. V., siehe Lurje, Ju. Ju.

Nishida, Sh., siehe Nakabayashi, T.

Niskasaari, E., siehe Saarnio, J.

Nook, R. J., siehe Thomas, E. B.

Norris, J. A., und Pepper, C. E. Spektrochemische Analyse seltener Erden 274.

Norwitz, G., und Norwitz, I. Elektrolytische Bestimmung von Blei als PbO_2 63.

Norwitz, I., siehe Norwitz, G.

Novacic, L., siehe Anastasi, A.

Novic, B., siehe Seifter, S.

Nutten, A. J. Chlor- und Brombestimmung in organischen Verbindungen 303.

Oehme, F. Dielektrometrische Bestimmung von γ-Hexachlorcyclohexan 31.

Oehme, F., und Wolf, S. Dielektrometrische Bestimmung von γ-Hexachlorcyclohexan 35. — DK-Meter 162.

Oelsen, W., und Graue, G. Elektrolytisch-potentiometrische Bestimmungen 282.

Oelsen, W., Graue, G., und Haase, H. Bestimmung kleiner Kohlenstoffmengen 309.

Oelsen, W., Haase, H., und Graue, G. Elektrolytische Titration von Schwefel, Mangan, Chrom und Vanadin ohne äußere Stromquelle 283.

Ohkuma, S. Unterscheidung der Alkalihydroxyde von schwächer basischen Hydroxyden und Carbonaten 69.

Ohloff, G. Bestimmung von Menthofuran in Pfefferminzöl 225.

Okáč, A., und Těthal, T. Kaliummikrobestimmung als Chloroplatinat 370. — Siehe auch Čelechovský, J.

Okuno, H. Fluorbestimmung nach der Aluminium-Hämatoxylin-Methode 152.

McOmie, J. F. W., siehe Pollard, F. H.

Onodera, K., siehe Inouye, Y.

van Os, F. H. L. Chromatographische Bestimmung von Alkaloiden 289.

Otsuka, H., siehe Takeda, K.

Otterbein, H., siehe Mahr, C.

Otting, W. Borsäurebestimmung in pflanzlichen und tierischen Produkten 223.

Owens, H. S., siehe McCready, R. M.

Oza, T. M. Bestimmung von Natriumhyponitrit, Natriumnitrit und Natriumnitrat nebeneinander 381.

Page, H. T., siehe Snowden, F. C.

Pagliassotti, J. P., und Porsche, F. W. Spektroskopische Bestimmung von Metallen in SiO_2-Al_2O_3-Crackkatalysatoren 275.

Pakšver, A. B., siehe Zelikman, S. G.

Palmer, D., siehe Kibrick, A. C.

Paris, R. A., und Vial, J. Bestimmung von Diazoniumverbindungen durch Titration mit Phenolaten 71.

Parks, Th. D. Amperometrische Titrationen in der Mikroanalyse 50.

Parriaud, J.-Ch., und Archinard, P. Untersuchung der Dithizonate von Ag, Pb, Zn und Cu 372.

Parry, E. P., siehe Kolthoff, I. M.

Partridge, M. W., siehe Evans, W. C.

Partridge, S. M., und Westall, R. G. Reagens zum Zuckernachweis 436.

Pate, L., siehe Perkin, A. G.

Peat, S., Bourne, E. J., und Thrower, R. D. Natriumstärkeglykolat als Indicator bei der Jodtitration 80.

Pecsok, R. L. Verwendung von Äthylendiamintetraessigsäure bei polarographischen Messungen 48. — Deadstop-Endpunkt bei elektrometrischen Titrationen 368.

Pedley, E. Tüpfelnachweis von Silber und Quecksilber 211.

Peek jr., R. L., und McLean, D. A. R_f-Werte in der Papierchromatographie 200.

Penkova, E. F., und Jakovlev, P. Ja. Siliciumbestimmung in Wolfram-Nioblegierungen und Ferrowolfram 220.

Pepkowitz, L. P. Mikrobestimmung von Aziden 380.

Pepper, C. E., siehe Norris, J. A.

Pereira, A. Papierchromatographische Bestimmung von Cystin in Weizengliadinhydrolysaten 58.

Perkin, A. G., und Pate, L. Reinigung von Morin 375.

Perron, R., und Petit, J. Bestimmung von primären aliphatischen Alkoholen 304.

Peterson, H. E., siehe Sill, C. W.

Peterson, M. H., siehe Knight, S. B.

Peterson, R. E. Abtrennung von Radio-Eisen aus biologischem Material 237.

Petherham, M., siehe Dugan jr., L. R.

Petit, J., siehe Perron, R.

Petitjean, D. L., siehe Blaedel, W. J.

Petrov, A. I. Kupferbestimmung in Nickeloxyd usw. 221.

Peyrot, P., siehe Canals, E.

Pfister, H. Bestimmung der 17-Ketosteroide 79.

Phares, E. F., siehe Denison jr., F. W.

MacPhee, R. D., siehe Morris, R. J.

Pícha, F., siehe Roubal, J.

Pietsch, R., siehe Musil, A.

Pifer, C. W., siehe Schmall, M.

Pigman, W., siehe Couch, D. H.

Pindrus, P., siehe Ambrosino, G.

van Pinxteren, J. A. C., und Schallenberg-Heertjes, G. Arsennachweis in Wismutverbindungen 456.

Pitance, T., siehe Duyckaerts, G.

Plank, C. J. Feststellung der Aktivität eines Silicium-Aluminium-Crackkatalysators 156.

Platonova, A. F., siehe Popova, N. M.

Plichta, J., siehe Kubina, H.

Pohl, H. Photometrische Bestimmung von Wismut mit Thioharnstoff 66.

Pollak, O. J., und Wadler, B. Nephelometrische Bestimmung von Cholesterin 79.

Pollard, F. H., McOmie, J. F. W., und Stevens, H. M. Chromatographische Trennung der Lanthanide 144.

Pomeroy, P. R., White, R. A., und Gwatkins, G. H. R. Zusatzgerät zur Aufnahme von Differential-Polarogrammen 44.

Pontius, D., siehe Zimmermann, W.

Popova, N. M., und Platonova, A. F. Bestimmung von Niobcarbid in Stählen 218.

Porsche, F. W., siehe Pagliassotti, J. P.

Portner, C., und Högl, O. Bestimmung von Tryptophan in Proteinen und Lebensmitteln 446.

Portnov, A. Metallbestimmungen mit Atoxyl 422, 426.

van Potter, R., siehe Busch, H.

van Poucke, R. F., siehe Call, A. O.

Prchlík, J. Polarographische Bestimmung von O_2, H_2S und Benzol in Leuchtgas 356.

Přibil, R., Doležal, J., und Simon, V. Silbernachweis mit Komplexon 371.

Přibil, R., und Jelínková, V. Phosphatbestimmung 214.

Přibil, R., Jeník, J., und Kobrová, M. Kobaltbestimmung mit Cupral 385.

Přibil, R., und Kucharský, J. Berylliumbestimmung im Beryll 372.

Přibil, R., und Maričová, D. Ba- und Sulfatbestimmung als Bariumsulfat 377.

Přibil, R., Roubal, Z., und Svátek, E. Polarographisches Verhalten von Komplexon IV (Diaminocyclohexan-N,N,N′,N′-tetraessigsäure) 362.

Price, M. J., und Walker, O. J. Fluorbestimmung in Wasser 152.

Pringsheim, P., und Vogel, M. Nachweis von Anthracen und Fluorescein durch Fluorescenz 414.

Prokhovnik, S. J. Bestimmung von Aneurin 446.

Proske, G. E. O. Polarographische Bestimmung wasserunlöslicher Substanzen 361.

Pungor, E., siehe Schulek, E.

Quentin, K.-E. Die Verwendung der Papierchromatographie zur Aluminiumbestimmung in Mineralwässern 92 [Or]. — Siehe auch Springer, R.

Radema, L., und Mulder, H. Standardmethoden zur Analyse von Milch und Molkereiprodukten in den Niederlanden 77.

Raff, P., und Brotz, W. Kaliumbestimmung als Tetraphenyloborat 189.

Ramírez-Muñoz, J., siehe Burriel-Martí, F.

Rancke-Madsen, E., und Theilgaard-Madsen, H. Jodometrische Bestimmung von Sulfat nach Reduktion mit $SnCl_2$ in H_3PO_4-Lösung 68.

Randall, E. L., siehe Morris, R. J.

Randles, J. E. B. Single-sweep-Verfahren 277.

Rappaport, F., und Köck-Molnar, K. Reagens zur Entwicklung der Gase aus Blut 458.

Rathenasinkam, E. Nachweis und Bestimmung von Benzedrin (Amphetamin) 240.

de Reeder, P. L. Analysengang zur Untersuchung von Sulfonamidgemischen 229.

Refai, F. Y., und Miller, B. S. Bestimmung von Pantothensäure in Weizen 74.

Reichard, O. Die Kaliumbestimmung in Wein. Ein Beitrag zur Neubearbeitung der amtlichen Vorschriften 188 [Or].

Reid, siehe Buras.

Reilley, Ch. N., siehe Adams, R. N.

Reinhold, J. C., und Wilson, W. Bestimmung von Cholsäure und Desoxycholsäure 399.

Reischl, K., siehe Musil, A.

Rennie, R. P., und Monkman, J. L. Ammoniumoxalat als Standard für das Karl-Fischer-Reagens 153.

Rentschler, H., und Tanner, H. Polarographische Bestimmung von in Getränken gelöstem Sauerstoff 356.

Resch, A., siehe Kainz, G.

Resch, H., siehe Fischer, R.

Reynolds, Ch. A., siehe Abrahamson jr., E. A.

Reznik, B. E., siehe Gauchman, M. S.

Riccoboni, L., und Goldschmied, P. Amperometrische Zinkbestimmung 365.

Rice, E. W. Kohlenoxydbestimmung mit Palladiumchlorid 439.

Riegel, E. R., und Schwartz, R. D. Maßanalytische Eisenbestimmung 441.

Rieman III, W., und Lindenbaum, S. Analyse von Chlorid- und Bromidmischungen durch Ionenaustauschchromatographie 197.

Riemschneider, R. Dampfdruck von Hexachlorcyclohexanen 27.

Rist, C. E., siehe Dimler, R. J.

Roberts, E. D., siehe Fisher, D. C.

Rockland, L., und Dunn, M. Verfahren der Papierchromatographie 198.

Rodden, C. J. Urannachweis durch Fluorescenz 416.

Rodeck, H., und Lindgen, E. Calciumbestimmung im Blutserum 394.

Roe, J. H., und Kuether, C. A. Bestimmung der Ascorbinsäure in den Nebennieren 400.

Rogers, H. E., siehe Kibrick, A. D.

Rolla, M. Dipolmoment von Hexachlorcyclohexanen 27.

Romeike, A. Papierchromatographische Trennung von Alkaloiden 288.

Rosenbaum, F. J., und Stanter, L. Registrierpolarograph 129.

Rosenberg, H., siehe Ennor, A. H.

Rosenthaler, L., und Vegezzi, G. Farbreaktionen von Alkoholen mit aromatischen Oxyaldehyden 305.

Ross, M., siehe Kibrick, A. C.

Roth, H. Bestimmung von Hexachlorcyclohexan durch Dehydrochlorierung 26. — Siehe auch Kuhn, R.

Roth, F., siehe Leveque, M. P.

Roubal, J., und Zdražil, J. Polarographische Bestimmung von Phenol in Harn und Wasser 360.

Roubal, J., Zdražil, J., und Pícha, F. Polarographische Bestimmung von Schwefelwasserstoff in der Luft 130.

Roubal, Z., siehe Přibil, R.

Rowland, S. J., siehe Barry, J. M.

Rozíts, K., siehe Brüel, D.

Ruchadze, E. G., siehe Terentev, A. P.

Ruchhoft, C. C., siehe Ettinger, M. B.

Rudolph, W. DK-Werte 164.

Rüdorff, W., und Zannier, H. Maßanalytische Schnellbestimmung von Kalium mit Natriumtetraphenyloborat 1 [Or]. — Eine maßanalytische Bestimmungsmethode von Kalium und Ammonium nebeneinander 241 [Or].

Ruppol, E., und Smats, A. Nachweis von Sesamöl 444.

Rusconi, Y., siehe Monnier, D.

Russell, F. R., siehe Haslam, J.

Rutter, L. Papierchromatographische Technik 288.

Saarnio, J., Niskasaari, E., und Gustafsson, Ch. Gerät zur Auswertung von Papierchromatogrammen 55.

Sadek, F. S., siehe Spitzy, H.

Saegers, W. J., Neuss, J. D., und Mader, W. J. Identifizierung und Bestimmung von N-Allylnormorphin 231. — Siehe auch Neuss, J. D.

Sage, C. E., und Dalton, W. G. Bestimmung von Thymol und Carvacrol 226.

Sager, E. E., siehe Smith, W. H.

Salgó, E., siehe Köszegi, D.

Salkowsky, C. R., Mader, W. J., und Frediani, H. A. Bestimmung von Pantothensäure über β-Alanin 74.

Salpeter, E. Spektroskopische Bestimmung von Chlor in Steinmeteoriten 275.

Samsonov, G. V., siehe Meerson, G. A.

Samuelson, O., Lundén, L., und Schramm, K. Über die Verwendung von Ionenaustauschern in der analytischen Chemie XXVII. Metalltrennungen mit Anionenaustauschern in Citratform 330 [Or].

Samuelson, O., und Sjöström, E. Verhalten von Zuckern gegen Anionenaustauscher 54.

Sanchez, J. A. Farbreaktion der p-Aminosalicylsäure 71.

Sandberg, B. Amperometrische Titration von Kalium 364.

Sándi, E. Polarographische Bestimmung von Ascorbinsäure 135.

Sankaranarayanan, K. M., siehe Deshmukh, G. S.

Sant, B. R., siehe Deshmukh, G. S.

Santini jr., R. F., Hazel, J. F., und McNabb, W. M. Spektrophotometrische Vanadiumbestimmung 382.

Sarfert, E., siehe Wolf, S.

Sattler, L., und Zerban, F. W. Sprühreagenzien für Tüpfelflecke von Zuckern 57.

Scarisbrick, R., siehe Moyle, V.

Schäfer, K., siehe Sonnenschein, W.

Schäfer, P., siehe Gorbach, G.

Schaefer, W. C., siehe Dimler, R. J.

Schaeffer, A., siehe Feigl, F.

Schaeffer, H. F. Tüpfelreaktionen auf Kupfer, Kobalt und Nickel mit Isochinolin-Ammoniumthiocyanatreagens 62.

Schaffer, E. L., siehe Grunbaum, B. W.

Schall, E. D., und Hagelberg, R. R. Flammenphotometrische Bestimmung von Kalium in Düngemitteln 42.

Schallenberg-Heertjes, G., siehe van Pinxteren, J. A. C.

Scharf, Bestimmung von Benzoylgruppen 81.

Schechter, M. S., und Hornstein, I. Bestimmung von Hexachlorcyclohexan 453.

Scheller, W., und Treadwell, W. D. Zinkbestimmung in Cadmiumlegierungen 155.

Schierholt, J., siehe Micheel, F.

Schindler, H. Nachweis von Chelidonsäure 231.

v. Schivizhoffen, E., und Danz, H. Benzoylgruppenbestimmung im Halbmikromaßstab 81 [Or].

Schleicher, A. Katalyse und Induktion bei Redox-Titrationen. V. Gegenseitige und Selbstinduktion. 321 [Or]

Schlueter, D. P., siehe Surak, J. G.

Schlundt, H. DK-Werte organischer Verbindungen 163.

Schmall, M., Pifer, C. W., und Wollish, M. G. Extraktion und Bestimmung von organischen Säuren 83.

Schmidgall, H., siehe Wenger, P.-E.

Schmidt, H., siehe Dewald, W.

Schneider, A., siehe Fresenius-Jander, Handbuch der analytischen Chemie 272.

Schoeneman, R. L., siehe Mathers, A. P.

Schoenheimer, R., und Sperry, W. M. Colorimetrische Bestimmung von Cholesterin 79.

Scholten, H. G., siehe Stone, K. G.

Schramm, K., siehe Samuelson, O.

Schreiber, A. A., und McClellan, D. B. Pyrethrinbestimmung in Mehl 445.

Schuchardt, G. S., siehe Tillson, E. K.

Schühlein, B., siehe Hunold, G. A.

Schulek, E., und Kőrös, E. Analyse von technischen Alkali- und Erdalkalisulfiden 312.

Schulek, E., Pungor, E., und Kéthelyi, J. Chloridbestimmung nach Volhard 384.

Schwabe, K. Hexachlorcyclohexanbestimmung 26. — Siehe auch Hasselbach, H.

Schwartz, R. D., siehe Riegel, E. R.

Seifter, S., Dayton, S., Novic, B., und Muntwyler, E. Colorimetrische Bestimmung von Glucose mit Anthron 204.

Seiler, H., Sorkin, E., und Erlenmeyer, H. Papierchromatographische Bestimmung von Na, K, Ca und Mg in Serum und Harn 201.

Sekerka, J., siehe Simon, V.

Senise, P., siehe West, Ph. W.

Seuthe, A. Chlorbestimmung in festen Brennstoffen 394.

Ševeleva, N. S., siehe Koršun, M. O.

Shapiro, M. Ya. Kupferbestimmung auf Grund der Katalyse der Resorcinautoxydation 437.

Shaw, W. H. C., siehe Adamson, D. C. M.

Shaw, W. M., siehe MacIntire, W. H.

Shimizu, Sh., siehe Kariyone, T.

Shinagawa, M., siehe Ishibashi, M.

Shishiyama, J., siehe Inouye, Y.

Sietnieks, A. J. Polarographische Bestimmung von Zinn in Zinklegierungen 131.

Sievers, I. J., siehe Smith, W. H.

Sill, C. W., und Peterson, H. E. Thalliumnachweis durch Fluorescenz 414.

Silverman, L., und Trego, K. Cadmiumbestimmung in Bleilegierungen 388.

Silviera, V., siehe McCready, R. M.

Šimánč, J. Polarographische Bestimmung von Blutsauerstoff 357.

Simon, V., Sekerka, J., und Doležal, J. Potentiometrische und polarimetrische Bestimmung von Zn, Mg, Mn, Cd und Phosphat 366. — Siehe auch Přibil, R.

Singh, A., siehe Singh, B.

Singh, B., und Singh, A. Kaliumperjodat als volumetrisches Reagens 145.

Sjöström, E. Trennung von Ketonen mittels Ionenaustausch 54. — Siehe auch Samuelson, O.

Skovroňsky, O., siehe Večerek, B.

Skrube, H., siehe Spitzy, H.

Skupp, S., siehe Kibrick, A. C.

Slater, E. C. Spektrophotometrische Bestimmung von Fructose-1,6-diphosphat, Hexosemonophosphat, Adenosintriphosphat und Adenosindiphosphat 395.

Slavík, K., und Smetana, R. Mikrobestimmung des Ammoniaks 461.

Šlouf, A., siehe Hrdý, O.

Smales, A. A. Uranbestimmung durch Neutronenaktivierung 430.

Smats, A., siehe Ruppol, E.

Smetana, R., siehe Slavík, K.

Smith, D. C., siehe Corr jr., Th.

Smith, F., siehe Boggs, L. A.

Smith, H. M., siehe Eccleston, B. H.

Smith, I. Anfärben von Papierchromatogrammen 286.

Smith, M. I. Reaktion auf Mutterkornalkaloide 232.

Smith, W. H., Sager, E. E., und Sievers, L. J. Colorimetrische Aluminiumbestimmung mit Aurintricarbonsäure 98, 102.

Smithies, W. R. Bestimmung von Glucosamin 397.

Smyth, Ch. P., siehe Baker, W. O.

Snowden, F. C., und Page, H. T. Automatische Registrierung von oszillographischen Polarogrammen 277.

Sobcov, H. Massenspektrometrische Analyse flüssiger Kohlenwasserstoffgemische 429.

Sober, H. A., siehe Kegeles, G.

Soloni, F. G., und Márquez, J. F. Spektrophotometrische Bestimmung von Khellin 461.

Sommereyns, Gh., siehe Lacourt, A.

Sonnenschein, W., und Schäfer, K. Über eine Methode zur gleichzeitigen Bestimmung von Schwefelwasserstoff und Schwefelkohlenstoff in der Luft 15 [Or].

Soos, Bestimmung von Digitoxose 320.

Sorkin, E., siehe Seiler, H.

Sosa, J., siehe Manuela, R.

Souček, B., siehe Zuman, P.

de Sousa, A. Die Bestimmung kleiner Mengen Wolfram in Anwesenheit von Molybdän 170 [Or]. — Mikrophotochemische Wolframreaktion 215.

Southern, H. K., siehe Ingram, G. B.

Soyenkoff, B. C. Mikrobestimmung von Phosphat 439.

Spalenka, M. Amperometrische Zinkbestimmung 365.

Specker, H. Nachweis von Benzpyren durch Fluorescenz 416.

Specker, H., und Hartkamp, H. Die analytische Verwendung der Alginsäure als Kationenaustauscher 167 [Or]. — Die Abtrennung des Eisens von Aluminium durch Ausschütteln mit Diäthyläther und Tetrahydrofuran 353 [Or].

Spence, R., und Streeton, R. J. W. Analytische Verwendung eines rotierenden Lösungsmittelextraktes 61.

Sperry, W. M., siehe Schoenheimer, R.

Speter, M., siehe Meyer, R. J.

Spice, S., siehe Ballard, C. W.

Spies, J. R., und Chambers, D. C. Bestimmung von Tryptophan 446.

Spitzy, H. Bestimmung des Jodgehaltes der Luft 149.

Spitzy, H., Skrube, H., und Sadek, F. S. Kritische Untersuchungen über

die Verwendbarkeit von Aktivkohlen zur analytischen Trennung des elementaren Jods von ionisiertem Jod 110 [Or].

Sprague, R. S., siehe Clark, G. L.

Springer, R., und Quentin, K.-E. Schwefelbestimmung in organischen Verbindungen 297.

Staemmler, H.-J. Mikrobestimmung von Chlorid 216.

Stanter, L., siehe Rosenbaum, F. J.

Stempel, B. Bestimmung von elementarem Jod neben ionisiertem Jod 110.

Stephan, F. H. Volumetrische Bestimmung von aromatischen Amidinen 70.

Stevens, H. M., siehe Pollard, F. H.

Støa, K. F. Bestimmung von Thiocyanat im Blutserum 395.

Stoljarov, K. P., und Stoljarova, I. A. Ultraviolett-Photometer 209.

Stoljarova, I. A., siehe Stoljarov, K. P.

Stone, J. E., und Blundell, M. J. Chromatographische Bestimmung von Vanillin und Syringaaldehyd 56.

Stone, K. G., und Scholten, H. G. Dead-stop-Endpunkt bei elektrometrischen Titrationen 368.

Streeton, R. J. W., siehe Spence, R.

Streuli, H., und Fasler, A. Aldosenbestimmung mit Jod in alkalischer Lösung 306.

Stross, W. Polarographische Cadmium bestimmung in Aluminiumlegierungen 281.

Struck, W. A., siehe Lyttle, D. A.

Strugger, S. Oxypyrentrisulfosäure für Fluorescenzmessungen 403.

Stüpel, H. Bestimmung waschaktiver Substanzen 156.

Sturtevant, J. M., siehe Meites, L.

Suchenko, K. A., siehe Mišarin, G. I.

Sundman, J., siehe Gustafsson, Ch.

Surak, J. G., Leffler, N., und Martinovich, R. Papierchromatographische Analyse eines Gemisches anorganischer Kationen 200.

Surak, J. G., und Schlueter, D. P. Papierchromatographische Analyse eines Gemisches anorganischer Kationen 200.

Svátek, E., siehe Přibil, R.

Swain, P., siehe Burstall, F. H.

Swift, E., siehe Allen, H. R.

Syrokomskij, V. S., und Kujazeva, R. N. Maßanalytische Tellurbestimmung 215.

Szabó, Z. G., siehe Beck, M.

Tacker, Sh. A., siehe Campbell, G. G.

Tadra, M., siehe Macek, K.

Taganov, K. J., siehe Abramov, V. L.

Takeda, K., Otsukaa H., und Kimura, T. Elektrophoretische Unterscheidung von Serumproteinen 294.

Tananaev, I. V., und Jakovlev, P. Ja. Aluminiumbestimmung in Stahl 219.

Tananaev, I. V., Matveea, K. A., und Djukov, A. B. Polarographische Bestimmung von Kupfer in Stahl, Gußeisen und Erzen 133.

Tanner, H., siehe Rentschler, H.

Tarasova, L. S., siehe Akselrod, R. S.

Tarr, H. L. A. Bestimmung der Cobalamine in tierischem Material 398.

Taylor, G. W., und Alexander, D. S. Sauerstoffbestimmung in Butadiendämpfen 448.

Taylor, R. P., und Furman, N. H. Konduktometrische Titration mit Gleichstrom 138.

Teodorovič, I. L. Mikrochemische Bestimmungen nach der Methode der „drei Wägungen“ 208.

Terentev, A. P., Ruchadze, E. G., und Fadeeva, Z. A. Kupfer- und Nickelbestimmung mit Salicylalaminen 201.

Terrier, J. Bestimmung der Komponenten von technischer Glucose 73. — Bestimmung von Saccharose in rohem Kaffee 76. — Bestimmung der Kohlenhydrate in Kaffeeextraktpulvern 76.

Têthal, T., siehe Okáč, A.

Thaler, H. Phosphorbestimmung in phosphatidarmen Fetten 442.

Theilgaard-Madsen, H., siehe Rancke-Madsen, E.

Thoenes, H. W., und Kosfeld, G. Photometrische Schnellbestimmung geringer Mengen Alkalihexametaphosphat 9 [Or].

Thomas, B. W., siehe Lumpkin, H. E.

Thomas, E. B., und Nook, R. J. Anordnung zur konduktometrischen Titration 138.

Thrower, R. D., siehe Peat, S.

Tichonova, A. A. Vanadinbestimmung in Legierungen 220.

van Tiggelen, A., siehe Neven, P.

Tillu, M. M. Alkalimetrische Bestimmung von Cadmium und Zink 438.

Tilson, E. K., und Schuchardt, G. S. Bestimmung von Kreatinin im Plasma und Urin 398.

Tiselius, A., und Claesson, S. Automatische Registrierung bei chromatographischen Trennungen 432. — Siehe auch Cremer, H. D., sowie Kritchevsky, T. H.

Tödt, F., siehe Fresenius-Jander, Handbuch der analytischen Chemie 272.

Toribara, T. Y., und Chen jr., P. S. Berylliumbestimmung 374.

Trafelet, L. Chlorbestimmung in Chlorhydrinen 441.

Treadwell, W. D., siehe Scheller, W.

Trego, K., siehe Silverman, L.

Truhaut, R., siehe Fabre, I. R.

Tsao, M. U., siehe Wark, Sh.

Tuzson, J., siehe Tuzson, P.

Tuzson, P., Tuzson, J., und Bayer, I. Colorimetrische Bestimmung der Mutterkornalkaloide 232.

Tyner, E. H. Calciumbestimmung mit Chloranilsäure 376.

Ultée jr., A. J. Verfahren zur Erzeugung eng begrenzter Tüpfel in der Papierchromatographie 55.

Umbarger, H. E., und Magasanik, B. Papierchromatographische Bestimmung von Isoleucin und Valin 290.

Upton, A. M. C., siehe Graham, R. P.

van Urk, Reaktion auf Mutterkornalkaloide 232.

Usatenko, Ju. I., und Bulachova, P. A. Phosphatbestimmung in Agglomerat 223.

Valensi, G., siehe Dumazert, C.

Valenta, P., und Zuman, P. Polarographische Bestimmung von Germanium 279.

Varšavskaja, L. N., siehe Britzke, M. E.

Večeřa, M., siehe Jureček, M.

Večerek, B., und Skovroňsky, O. Titrationsfluorimeter 369.

Veerkamp, Th. A., siehe Bloemendal, H.

Vegezzi, G., siehe Rosenthaler, L.

Verdier, E. T., siehe Ferguson, J. R.

Vetter, H., siehe Kuhn, R.

Vial, J., siehe Paris, R. A.

Vieböck, F. Chlor- und Brombestimmung mit Quecksilberoxycyanid in organischen Verbindungen 303, 394.

Vogel, A. M., siehe Müller, R. H.

Vogel, G. Toxikologischer Nachweis von Dolantin, Polamidon und Pervitin in Urin 239.

Vogel, M., siehe Pringsheim, P.

Voisenet, E. Farbreaktionen von Indolderivaten 186.

Volmar, Y., Ebel, J.-P., und Yacoub, F. B. Papierchromatographie der Sauerstoffsäuren des Phosphors und Arsens 287.

Vongerichten, E. Benzoylbestimmung 81.

Vortmann, G., und Bader, A. Bleibestimmung als Phosphat 212.

Wachsmuth, H. Bestimmung von Penicillin G 319.

Wachtel, U., siehe D'Ans, J.

Wadler, B., siehe Pollak, O. J.

Wagner, G. Papierchromatographische Trennung und Bestimmung einiger Sulfonamide 207.

Walden, P. DK-Werte von organischen Stoffen 163.

Walker, O. J., siehe Price, M. J.

Wantier, G., siehe Lacourt, A.

Wark, Sh., Allen, R., und Tsao, M. U. Bestimmung von p-Aminosalicylsäure und Promizol 228.

Waters, W. A., siehe Milton, R. F.

Watson, E. B., siehe Magnuson, H. J.

Watzinger, F. Bestimmung von Arsen in begiftetem Fett 76.

Webster, M. E., siehe Jones, H. A.

Wehner, M., siehe Hübener, H. J.

Weingaertner, E., siehe Winnacker, K.

Weiss, A., Fallab, S., und Erlenmeyer, H. Chromatographische Tren-

nung und Bestimmung von Uran, Kupfer und Eisen in Toubernit und Pechblende 56.

Weiss, F., siehe Günzel, Ch.

Wempe, E., siehe Wojahn, H.

Wender, S. H., siehe Ice, C. H.

Wendland, G. Titration von Reduktonen und Redukton-Ascorbinsäuregemischen 320.

Wenger, P.-E., Monnier, D., und Schmidgall, H. Polarographische Bestimmung von Nitroderivaten der Alkaloide 136. — Polarographische Bestimmung von Pantopon und Scopolamin nebeneinander 136. — Siehe auch Besso, Z.

West, Ph. W., Burkhalter, T. S., und Senise, P. Einfluß des Wassers auf die DK-Werte von Alkoholen 165.

West, Ph. W., Lyons, Th. G., und Carlton, J. K. Spektrophotometrische Kupferbestimmung 437.

West, Ph. W., Senise, P., und Burkhalter, T. S. Bestimmung des Wassergehalts von aliphatischen Alkoholen 305.

West, T. S., siehe Belcher, R.

Westall, R. G., siehe Partridge, S. M.

Wettstein, A., siehe Neher, R.

White, L. M., und Long, M. C. Aufschluß organischer Verbindungen 297.

White, M. F., und Brown, H. B. Bestimmung von Linolensäure durch Überführung in Hexabromid 75.

White, R. A., siehe Pomeroy, P. R.

Wickert, K., und Ipach, E. Eine weitere Methode zur Bestimmung des gelösten Sauerstoffs in Wässern bei Anwesenheit aktiver Reduktionsmittel 350 [Or].

Wieland, Th., und Berg, A. Papierchromatographische Trennung basischer Aminosäuren 289.

Wilkie, J. B., und Jones, S. W. Chromatographie von Vitamin A 435.

Wilkinson, N. T., siehe Haslam, J.

Williams, A. F., siehe Burstall, F. H., sowie Mercer, R. A.

Williams, I. W., und Krchma, J. J. DK-Werte 163.

Willits, C. O., und Connelly, J. A. Zerstäuber für flammenphotometrische Untersuchungen 40.

Wilshaw, C. T. Identifizierung von Metallen und Legierungen durch Tüpfelproben 388.

Wilson, C. L., siehe El-Badry, H. M., sowie Al-Mahdi, A. K.

Wilson, G. M., siehe Davies, R. E.

Wilson, W., siehe Reinhold, J. C.

Winkel, A., und Maas, H. Kaliumbestimmung mit Dipikrylamin 335, 364.

Winkler, C. A., siehe Marcus, R. A.

Winnacker, K., und Weingaertner, E. Chemische Technologie Bd. 5. Metallurgie und Allgemeines 447 [L].

Wise, C. S., siehe Dimler, R. J.

de Witt, J. B., siehe Bellack, E.

Wojahn, H. Einwirkung von Hypojodit auf Thioamide und Dithiocarbaminsäurederivate 229.

Wojahn, H., und Wempe, E. Bestimmung von Diäthylthiobarbitursäure, 4-Methyl- und 4-Propyl-2-thiouracil 228.

Wolf, S., Münster, C., und Sarfert, E. Zur Analytik des γ-Hexachlorcyclohexans (HCH) 25 [Or]. — Siehe auch Oehme, F.

Wollish, M. G., siehe Schmall, M.

Wood, G. A., siehe Burstall, F. H.

Woods, M., siehe Bartlet, J. C.

Woodson, A. L., Johnson, B. H., und Cooper, S. R. Amperometrische Zinkbestimmung mit Ferrocyanid 365.

Wrigge, F. W., siehe Geilmann, W.

Wurzschmitt, B. Halogenbestimmung in organischen Verbindungen 302.

Yacoub, F. B., siehe Volmar, Y.

Yardley, J. T., siehe Frost-Jones, R. E. U.

Young, H. A., siehe Daigle, E. C.

Zak, B., siehe Kapuscinski, V.

Zannier, H., siehe Rüdorff, W.

Zappert, R., siehe Feigl, F.

Zdražil, J., siehe Roubal, J.

Zelikman, S. G., Makareva, S. P., und Pakšver, A. B. Sulfatbestimmung in Fällungsbädern von Viskoseseide 455.

Zemany, P. D. Massenspektrometrische Analyse von hochpolymeren Stoffen 430.
Zerban, F. W., siehe Sattler, L.
Zetterström, R., siehe Ernster, L.
Zimmermann, W., Anton, H.-U., und Pontius, D. Bestimmung der 17-Ketosteroide 238.
Zinneke, F. Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl 299.
Zinnert, F., siehe Hiller, E.
Zöllner, G., Diekmann, A., und Neuwald, F. Biologische Untersuchungsmethoden für Digitalisdrogen 320.
Zook, E. G., siehe Ellis, G. H.
Zscheile, F. P., siehe Mitchell jr., J. H.
Zuazaga, G., siehe Ma, T. S.
Zuckerkandl, F., und Messiner-Klebermass, F. Nachweis von Glucosamin 397.
Zuman, P., Zumanová, R., und Souček, B. Polarographische Bestimmung von Schwefelkohlenstoff 358. — Siehe auch Valenta, P.
Zumanová, R., siehe Zuman, P.
Zýka, J., siehe Kalvoda, R.

Sachverzeichnis.

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.
Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen.)

Abgase, Bestimmung von Kohlenoxyd mittels des „Uras"-Apparates 44.
Abwasser, colorimetrische Cyanidbebestimmung 449.
Acetessigester, Dielektrizitätskonstante 162.
Aceton, Trennung durch Ionenaustausch von Mesityloxyd 54; polarographische Analyse in wasserfreiem Aceton 133.
Acetylen, Absorption durch das Reagens nach Lebeau und Domiens 459.
Acetylglucosamin, colorimetrische Bestimmung 398.
Acetylsalicylsäure, Bestimmung in Gemischen 228.
„Acivet", Reagens zum Nachweis von Poly- und Metaphosphaten 66.
cis-Aconitsäure, Abtrennung durch Anionenaustauschchromatographie 53; chromatographische Bestimmung 434.
ACTH, elektrophoretische Trennung von Serumprotein und Serumglobulin 294.
Actosin, siehe 3-(α-Phenyl-β-acetyl-äthyl)-4-oxycumarin.
Adenosindiphosphat, spektrophotometrische Bestimmung 395.
Adenosintriphosphat, spektrophotometrische Bestimmung 395.
Adenosintriphosphataseaktivität, Bestimmung 463.
Adrenalin, Nachweis durch Fluorescenz 414.
Äpfelsäure, R_f-Wert 203.
Äthanol, papierchromatographische Bestimmung neben Methanol 56; polarographische Analyse in wasserfreiem Äthanol 133.
Ätherische Öle, Bestimmung in pflanzlichen Ölbehältern 225.
1,4-Äthylaminophenylquecksilberacetat, Reagens auf Nitrit 213.
Äthylbromid, Dielektrizitätskonstante 163.
Äthylendiamintetraacetat zur Maskierung zweiwertiger Metalle bei der Phosphatbestimmung 214.
Äthylendiamintetraessigsäure, Anwendung zur potentiometrischen und amperometrischen Bestimmung von Zn, Mg, Mn, Cd und Phosphat 366; zur maßanalytischen Bestimmung von Indium 6; Verwendung als Leitsalz bei polarographischen Messungen 48; polarographische Untersuchung der Komplexe mit Quecksilber 130; siehe auch Komplexone sowie Komplexometrische Titrationen.
Äthylenglykol, Wasserbestimmung nach dem Karl-Fischer-Verfahren 153.

Äthyltrichlorsilan, polarographische Bestimmung 278.

Agglomerat, maßanalytische Phosphatbestimmung 223.

Aktivkohlen, Anwendung zur Trennung des elementaren Jods von ionisiertem Jod 110.

Aktivierungsanalyse, Grundlagen und Anwendungen 127; Bestimmung der Spurenelemente in metallischem Magnesium 127.

Alanin, chromatographische Trennung und Isolierung als Dinitrophenylderivat 433.

Albucid, papierchromatographische Trennung und Bestimmung 207.

Albumin, Identifizierung durch massenspektrometrische Analyse 430; papierelektrophoretische Bestimmung 294.

Aldehyde, Bestimmung mit Hydrazinen und G-Orange oder Chromazonrot A als Indicatoren 184.

Aldosen, Bestimmung mit Jod in alkalischer Lösung 306.

Alfalfamehl, Bestimmung des Gehaltes an Carotin 73.

Alginate, Bestimmung in den Ausrüstungsbädern von Reyon und Reyongarn 223.

Alginsäure, Darstellung und analytische Verwendung als Kationenaustauscher 167.

Alional, amperometrische Bestimmung 365.

Aliphatische Alkohole, acidimetrische Schnellbestimmung 304; Bestimmung des Wassergehaltes mit Hochfrequenzoszillator 305.

Aliphatische Säuren, chromatographische Trennung 141.

Alizarin S, Reagens zur Zirkonbestimmung 65.

Alkali, Bestimmung kleiner Mengen in der Luft 148.

Alkalicyanidlösungen, Nachweis von Kupfer 154.

Alkalimetalle, Trennung von V, Cu, Fe, Ni und Co mit Anionenaustauschern in Citratform 330.

Alkalisulfide, Analyse der technischen Produkte 312.

Alkaloide, papierchromatographischer Nachweis 207; papierchromatographische Trennung 288; polarographische Bestimmung der Nitroderivate 136.

Alkaloidhaltige Tinkturen, papierchromatographische Untersuchung 207.

Alkohole, Farbreaktionen mit aromatischen Oxyaldehyden 305; siehe auch aliphatische Alkohole.

N-Allylnormorphin, Bestimmung durch Ultrarotabsorption, Ultraviolettabsorption und durch Polarographie 231.

Aluminium, Bestimmung nach der Kryolithmethode in Stählen und Legierungen 219; colorimetrische Bestimmung mit Aurintricarbonsäure 98; direkte Bestimmung in Silicatschlacken usw. 314; maßanalytische Bestimmung durch Neutralisation 438; papierchromatographische Trennung und Bestimmung 201; papierchromatographische Trennung von Ti und Fe 202; papierchromatographische Bestimmung in Mineralwässern 92; photometrische Bestimmung mit Aluminon in Legierungen 307; spektralanalytische Bestimmung in Eisenerzen 126; spektralanalytische Bestimmung in Stählen und Schweißnähten 124.

Aluminiumhydroxyd, Aktivierung für die chromatographische Analyse 139.

Aluminiumlegierungen, Bestimmung von Gallium mit Kupferron 252; photometrische Bestimmung von Ni, Mn, Fe, Cu und Si 390; polarographische Bestimmung von Pb, Zn, Cu und Ni 132; von Cadmium 281; von Nickel 132.

Aluminiumoxyd, Adsorptionsmittel in der Chromatographie 140, 462, 463.

Aluminon, Anwendung zur Berylliumbestimmung 373.

Amberlite IR 120 H, Anionenaustauscher, Verwendung zur Analyse von Sulfitablauge 54.

Amberlite IRA 400, Ionenaustauscher zur Trennung von Ketonen 54; zur Bestimmung von Na, K, Ca und Mg in Serum und Harn 201.

Amidine, jodometrische und mercurimetrische Bestimmung aromatischer Amidine 70.

Aminobenzoesäuren, papierchromatographische Trennung ihrer N-Glucoside 205.

p-Aminohippursäure, Sprühreagens zum Zuckernachweis in der Papierchromatographie 57.

2-Amino-5-nitrothiazol, colorimetrische Bestimmung 230.

1,4-Aminophenylquecksilberacetat, Reagens auf Nitrat und Nitrit 213.

Aminosäuren, chromatographische Trennung in Form der Dinitrophenylderivate 433; papierchromatographische Bestimmung im Urin 289; papierchromatographische Trennung auf Carboxylpapier 289; quantitative papierchromatographische Bestimmung 205.

Aminosalicylsäuren, mikrochemische Identifizierung 455.

p-Aminosalicylsäure, Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten neben Promizol 228; Farbreaktion mit konz. Salzsäure und Formaldehyd 71.

Ammoniak, photometrische Bestimmung des bei enzymatischen Reaktionen freiwerdenden Ammoniaks 461.

Ammonium, Bestimmung neben Kalium 241; polarographische Bestimmung 280.

Ammoniumnitrat, Wasserbestimmung nach dem Karl-Fischer-Verfahren 153.

Ammoniumoxalat, Standard zur Titerstellung des Karl-Fischer-Reagenses 153; Wasserbestimmung nach dem Karl-Fischer-Verfahren 153.

Ammoniumpolysulfid, siehe Alkalisulfid 312.

Amperometrische Titrationen, Anwendbarkeit in der Mikroanalyse 50; Bestimmung von arseniger Säure und von 8-Oxychinolin mit Bromat 364; Bestimmung von Barbitursäurederivaten 365; von Glucose mit Ferricyanid 366; von Jod 137; von Kalium 364; von Kupfer, Zink, Magnesium, Blei 363; von Magnesium 280; von Mangan, Chrom und Vanadin in Stahl 137; von Thioharnstoff mit Jodlösung 50; von Zink mit Ferrocyanid 365; von Zn, Mg, Mn, Cd und Phosphat 366.

d-Amphetamin, Mikronachweis 455; Bestimmung in Körperflüssigkeiten 397; siehe auch Benzedrin.

Amytal (Barbiturat), amperometrische Bestimmung 365.

Anästhesin, photometrische Bestimmung mit Hilfe der Lauthschen Reaktion 426.

Analysengang nach Stas und Otto zur Ausmittelung von Giften 238.

Analytische Chemie, siehe Handbuch der analytischen Chemie.

Analytische Reaktionen, Empfindlichkeit und Spezifität 295.

Anethol, Bestimmung im Fenchelöl 225.

Aneurin, Bestimmung in Lebensmitteln 446.

Anilin, colorimetrische Bestimmung mittels Chlorkalkreaktion 69.

Anionenaustauscher, Dowex 1 53; Dowex 2 54, 330; Permutit ES 52; Verwendung von Anionenaustauschern in Citratform zu Metalltrennungen 330; siehe auch Ionenaustausch.

Anisaldehyd, Reagens zum papierchromatographischen Nachweis von Steroiden sowie von Digitoxin und Gitoxin 90.

o-Anisidin, Dielektrizitätskonstante 163.

Anorganische Analyse, siehe auch Inorganic thermogravimetric Analysis.

Anorganisches Grundpraktikum. (Mahr) 273 [L].

Anorganische Ionen, säulenchromatographische Trennung 432.

Anorganische Kationen, papierchromatographische Analyse 200.

Antabus, siehe Tetraäthylthiuramdisulfid 229.

Anthracen, Nachweis durch Fluorescenz 414.

Anthrachinon, polarographische Bestimmung 361.

1,1'-Anthrimid, Reagens zur Borsäurebestimmung 224.

Anthronreaktion zur colorimetrischen Bestimmung von d-Glucose 203.

Antimon, Bestimmung mittels trans-Dichloro- bis -äthylendiaminkobaltchlorid 66; maßanalytische Bestimmung mit Bromat in Blei- und Zinnlegierungen 306; maßanalytische Bestimmung in Weißmetall 390; potentiometrische Bestimmung 379; spektralanalytische Bestimmung in metallischem Zink 123; Trennung von Arsen und Zinn mit Thioformamid 342; Trennung von Blei 212; papierchromatographische Trennung von As und Sn auf Carboxylpapier 289; polarographisches Verhalten des Komplexes mit Komplexon IV 362; photometrische Al-Bestimmung in Antimonmetall 308.

Antipyretica, Analysengang zur quantitativen Trennung 228.

Antipyrin, Bestimmung in Gemischen 228.

Arabinose, chromatographische Bestimmung in Monosaccharidgemischen 55.

Arginin, papierchromatographische Trennung auf Carboxylpapier 289.

Aristamid, papierchromatographische Trennung und Bestimmung 207.

Aromaten, massenspektrometrische Analyse 128.

Aromatische Amine, Bestimmung mit Hilfe der Lauthschen Reaktion 426.

Arsanilsäure, Reagens zur Kupferfällung 421.

Arsen, Nachweis im Harn und Serum durch induzierte Fällung 440; Nachweis in Wismutverbindungen 456; Bestimmung durch Neutronenaktivierung 127; spektralanalytische Bestimmung in metallischem Zink 123; spektrophotometrische Bestimmung nach Destillation in Obst und Gemüse 444; Trennung von Antimon und Zinn mit Thioformamid 342; papierchromatographische Trennung von Antimon und Zinn auf Carboxylpapier 289; polarographisches Verhalten des Komplexes mit Komplexon IV 362.

Arsenat, papierchromatographische Bestimmung 287.

Arsengruppe, Nachweis durch induzierte Fällung mit Kupfer(I)-sulfid 440.

Arsenige Säure, amperometrische Bestimmung mit Bromat 364.

Arsenit, Bestimmung mit Mangan(III)-reagenslösung 368; papierchromatographische Bestimmung 287.

Arsensäuren, papierchromatographische Bestimmung 287.

Ascaridol, polarographische Bestimmung in Chenopodiumöl 137.

Ascites, papierchromatographische Bestimmung von Harnstoff 205.

Ascorbinsäure, polarographische Bestimmung 135; spektrophotometrische Bestimmung in den Nebennieren 400; Titration mit Dichlorphenolindophenol 320.

Asparaginsäure, Abtrennung durch Anionenaustauschchromatographie 53; chromatographische Trennung und Isolierung als Dinitrophenylderivat 433.

Astat (Astatium), analytische Chemie 216.

Atmosphärische Luft, Bestimmung kleiner Alkalimengen 148; von Benzoldämpfen 149; kleiner Brommengen 148; des Jodgehaltes 149; von Trichloräthylen 149; polarographische Schwefelwasserstoffbestimmung 130.

Atoxyl, siehe Arsanilsäure.

Atropin, papierchromatographische Trennung der Tropaalkaloide 288.

Aureomycin, Bestimmung in Futtermitteln 317.

Aurintricarbonsäure, Reagens zur colorimetrischen Aluminiumbestimmung 98; siehe auch Aluminon.

Ausführung quantitativer Analysen (Biltz, H. und W.) 272 [L].

Autoxydation von Resorcin, Anwendung zur katalytischen Kupferbestimmung 438.

Azide, Mikrobestimmung 380.

Badional, papierchromatographische Trennung und Bestimmung 207.

Barbiturate, Identifizierung und Bestimmung durch Röntgenanalyse 228; UV-spektrophotometrische Bestimmung 456.

Barbitursäurederivate, amperomtrische Bestimmung 365.

Barium, Nachweis neben Vanadat 382; gewichts- und maßanalytische Bestimmung mit Oxalsäure 377; polarographische Bestimmung 280; Trennung von V, Fe, Al, Cu, Ni, Co mit Hilfe von Anionenaustauschern in Citratform 334; Trennung von Pb, Cu, Cd, Hg und Bi mit Hilfe von Komplexon III 377.

Basen, neue Theorie 296; polarographische Bestimmung sehr kleiner Mengen 280.

Baumwolle, Wasserbestimmung nach dem Karl-Fischer-Verfahren 153.

Bellergal, amperometrische Bestimmung 365.

Benadrylhydrochlorid, Nachweis durch Mikrokristallfällung 227.

Benzaldehyd, polarographische Bestimmung in Wein 49.

Benzedrin (Amphetamin), toxikologische Bestimmung 240.

Benzidin, photometrische Bestimmung mit Hilfe der Lauthschen Reaktion 428.

Benzine, siehe Kohlenwasserstoffe.

5,6-Benzochinaldinsäure, Reagens zur Bestimmung und Trennung von Cu und Cd 63.

Benzol, Bestimmung in der Luft 149; polarographische Bestimmung im Leuchtgas 356.

Benzolhexachlorid, siehe Hexachlorcyclohexan.

Benzolhomologe, massenspektrometrische Identifizierung 129.

Benzoylchlorid, Dielektrizitätskonstante 163.

Benzoylgruppen, Bestimmung im Halbmikromaßstab 81.

Benzpyren, Nachweis durch Fluorescenz 414.

Benzylalkohol, Dielektrizitätskonstante 163.

Benzylchlorid, Dielektrizitätskonstante 163.

Benzylisothioharnstoffhydrochlorid, Verwendung zum Nachweis von Metaphosphat neben Tripolyphosphat 65.

Bernsteinsäure, Abtrennung durch Anionenaustauschchromatographie 53; chromatographische Bestimmung434; R_f-Wert 203.

Beryll, Bestimmung des Berylliumgehaltes 372.

Beryllium, Bestimmung als Berylliumammoniumphosphat im Beryll 372; colorimetrische Bestimmung mit Aluminon in Kupferlegierungen 373; fluorimetrische Bestimmung mit Morin in biologischem Material 374; Trennung von anderen Metallen mit Guanidincarbonat 373; siehe auch Kupferlegierungen.

Biologische Flüssigkeiten, photometrische Kreatininbestimmung 398.

Biologisches Material, Abtrennung von Radio-Eisen 237; Bestimmung von anorganischem Phosphat 236; fluorimetrische Berylliumbestimmung 374; spektrophotometrische Phosphatbestimmung 439; siehe auch Blut, Gewebe, Harn, Serum.

Blei, Nachweis in Zinkweiß 156; amperometrische Titration 363; Bestimmung als tertiäres Phosphat und Trennung von Antimon 212; elektrolytische Bestimmung als PbO_2 neben Halogenen, As, Sb, Sn und organischen Substanzen 63; Fällungstitration mit Dithizon als Indicator 64; gravimetrische Bestimmung im Mikrogrammbereich 64; photometrische Bestimmung im Stahl 390; polarographische Bestimmung in Aluminiumlegierungen 132; in Kunstharzen 359; in manganhaltigen Kupfer-Berylliumlegierungen 130; spektralanalytische Bestimmung in metallischem Cadmium 123; in metallischem Zink 123; in Crackkatalysatoren 275; Trennung von Barium mit Hilfe von Komplexon III 377; papierchromatographische Trennung und Bestimmung201; papierchromatographische Trennung von Ag, Bi und Hg auf Carboxylpapier 289; polarographisches Verhalten des Komplexes mit Komplexon IV 362; Thermolyse des Dithizonats 372; photometrische Al-Bestimmung in Bleimetall 308.

Bleiazid, Wasserbestimmung nach dem Karl-Fischer-Verfahren 154.

Bleilegierungen, Antimonbestimmung 306; colorimetrische Bestimmung kleiner Cadmiumgehalte 388.

Bleistyphnat, Wasserbestimmung nach dem Karl-Fischer-Verfahren 154.

Blut, Apparat zur Analyse der absorbierten Gase 458; Bestimmung von 2-Amino-5-nitrothiazol 230; von Cholsäure und Desoxycholsäure 399; der 17-Ketosteroide 79; von Schwefelkohlenstoff 460; Halbmikrobestimmung von Kohlenoxyd 459; Kohlenoxydbestimmung mit Palladium(II)-chlorid 439; polarographische Bestimmung des Sauerstoffs 357; spektrophotometrische Bestimmung von Barbituraten 456; UV-spektrophotometrische Bestimmung von Khellin 461; Fehler bei der flammenphotometrischen Bestimmung des Na-Gehaltes 43.

Blutserum, Bestimmung des Calciums mit Komplexonlösung 235; Kaliumbestimmung mit Natriumkobaltinitrit 235; siehe auch Serum.

Brennstoffe, maßanalytische Chlorbestimmung 394.

Brenzcatechin-3,5-disulfosäure, zur Maskierung mehrwertiger Metalle bei der Phosphatbestimmung 214; siehe auch Tiron.

Brenztraubensäure, Abtrennung durch Anionenaustauschchromatographie 53; R_f-Wert 203.

Brom, Bestimmung mit Quecksilberoxycyanidlösung 303; mercurimetrische Bestimmung in organischen Verbindungen 302; colorimetrische Bestimmung in der Luft 148.

Bromat, potentiometrische Titration mit Bromid 147; mit Jodid 147.

Brombenzol, Dielektrizitätskonstante 163.

Bromid, Trennung von Chlorid durch Ionenaustauschchromatographie 197.

Brucin, Nachweis durch UV-Absorption in Organteilen 231.

Boden, Bestimmung von Hexachlorcyclohexan 453; chromatographische Bestimmung von Niob und Tantal 144; colorimetrische Bestimmung der Gesamtphosphorsäure 393.

Bodenauszüge, flammenphotometrische Calciumbestimmung 42.

Bodenextrakte, polarographische Bestimmung von Eisen neben Kupfer 359.

Bor, colorimetrische Bestimmung mit Chinalizarin 369; mit Carminlösung in Kaliumsalzen 155; papierchromatographische Trennung und Bestimmung 201; spektralanalytische Bestimmung kleiner Gehalte in zunderfesten Legierungen und in Stählen 124; spektralanalytische Bestimmung im Harn 126; siehe auch Borsäure.

Borcarbid, Bestimmung des Gehaltes an freiem Kohlenstoff 310.

Borsäure, photometrische Bestimmung mit 1,1′-Anthrimid in pflanzlichen u. tierischen Produkten 223.

Butadien, spektrophotometrische Bestimmung von p-tert.-Butylbrenzcatechin 448.

Butadiendämpfe, Sauerstoffbestimmung 448.

Buttermilch, Bestimmung der Trockensubstanz 78.

p-tert.-Butylbrenzcatechin, spektrophotometrische Bestimmung in Butadien 448.

tert.-Butylhydroperoxyd, polarographische Bestimmung 361.

Cadmium, alkalimetrische Bestimmung 438; Bestimmung mit 5,6-Benzochinaldinsäure 63; colorimetrische Bestimmung in Bleilegierungen 388; polarographische Bestimmung in Aluminiumlegierungen 281; potentiometrische und amperometrische Bestimmung 366; spektralanalytische Bestimmung in metallischem Zink 122; papierchromatographische Trennung und Bestimmung 201; polarographisches Verhalten des Komplexes mit Komplexon IV 362; spektralanalytische Bestimmung der Beimengungen in metallischem Cadmium 123.

Cadmiumlegierungen, Bestimmung kleiner Zinkgehalte 155.

Caesium, polarographische Bestimmung 280.

Calcium, Bestimmung durch Komplexontitration im Blutserum 235; in Düngemitteln 154; Bestimmung durch Neutronenaktivierung 127; Bestimmung neben Strontium durch Leitfähigkeitsmessung 376; colorimetrische Bestimmung mit Chloranilsäure 376; colorimetrische Bestimmung im Serum 394; in Wasser 150; flammenphotometrische Bestimmung in Bodenauszügen 42; flammenphotometrische Bestimmung neben Mg in Serum 42; papierchromatographische Bestimmung in Serum und Harn 201; polarographische Bestimmung neben Alkali- und Erdalkalimetallen 280; spektralanalytische Bestimmung in Eisenerzen 126; in Crackkatalysatoren 275; Trennung von Phosphat durch Ionenaustausch 53; von V, Fe, Al, Cu, Ni, Co mit Anionenaustauschern in Citratform 332.

Carotin, Chromatographische Bestimmung in Alfalfamehl 73.

Carvacrol, Bestimmung neben Thymol in Thymianölen 226.

Carvon, Bestimmung im Kümmelöl 225.

Celite, Adsorptionsmittel in der Säulenchromatographie 435.

Celi e Nr. 545, Adsorptionsmittel in der Säulenchromatographie 433; siehe auch Kieselgur.

Cellulose, polarographische Bestimmung des Pentosangehaltes 360; Anwendung als Adsorptionsmittel in der Säulenchromatographie 142; 144.

Cer, spektralanalytische Bestimmung in Magnesiumlegierungen 121, 122; siehe auch Lanthanide.

Cer(IV), Nachweis mit Quercetinlösung 378.

Chelidonsäure, Nachweis 231.

Chelidonsaure Alkaloide, Gerbsäurereaktion 231.

Chemische Technologie Bd. 5. Metallurgie und Allgemeines (Winnacker-Weingaertner) 447 [L].

Chenopodiumöl, polarographische Bestimmung von Ascaridol 137.

Chinaalkaloide, Bestimmung in Cortex Chinae 318.

Chininsulfat, Nachweis durch Fluorescenz 414.

Chinidinsulfat, Wertbestimmung 457.

Chinolin, Dielektrizitätskonstante 163.

Chinolinquecksilberacetat, Reagens auf Nitrit 213.

Chlor, Bestimmung mit Quecksilberoxycyanidlösung 303; in festen Brennstoffen 394; mercurimetrische Bestimmung in Chloriden und wasserlöslichen Chlorhydrinen 440; in organischen Verbindungen 302; spektroskopische Bestimmung in Steinmeteoriten 275.

Chloramin B, oxydimetrisches Reagens in der Maßanalyse 208.

m-Chloranilin, Dielektrizitätskonstante 164.

o-Chloranilin, Dielektrizitätskonstante 163.

Chloranilsäure, Reagens zur Ca- und Zr-Bestimmung 376.

Chlordan, Untersuchungsmethoden 315.

Chloressigsäureäthyläther, Dielektrizitätskonstante 164.

Chorhydrine, mercurimetrische Chlorbestimmung 440.

Chlorid, Bestimmung in Halogenidgemischen durch Oxydation mit Cer(IV)-salz 261; mikrophotometrische Bestimmung nach Fällung als Hg_2Cl_2 216; Verbesserung der Bestimmung nach Volhard 384; Bestimmung in sulfidhaltigem Rohöl 451; Trennung von Bromid durch Ionenaustauschchromatographie 197; Chlor-o-Kresole, Bestimmung in Wasser 387.

p-Chlorphenol, colorimetrische Bestimmung 452.

p-Chlorphenyl-p-chlorbenzolsulfonat, (K-6451), colorimetrische Bestimmung 452.

3-(p-Chlorphenyl)-1,1-dimethylharnstoff (CMU), colorimetrische Bestimmung 452.

Chlorsilane, polarographische Bestimmung 278.

Cholesterin, nephelometrische Bestimmung 79; papierchromatographische Trennung von Steroiden 291.

Cholsäure, spektrophotometrische Bestimmung neben Desoxycholsäure 399; photometrische Bestimmung in der Galle 464.

Chrom, amperometrische Bestimmung im Stahl 137; Bestimmung durch Neutronenaktivierung 127; durch photocolorimetrische Titration in Stahl 219; elektrolytische Titration ohne äußere Stromquelle 283; spektralanalytische Bestimmung in hochlegiertem Stahl 125; papierchromatographische Trennung und Bestimmung 201; polarographisches Verhalten des Komplexes mit Komplexon IV 363; Schwefelbestimmung nach dem Entwicklungsverfahren im Chrommetall 255.

Chromat, Reduktion durch innere Elektrolyse an der Zinkanode 326.

Chromatographie, siehe Ionenaustauschchromatographie, Papierchromatographie, Säulenchromatographie.

Chromazonrot A, Indicator bei der Bestimmung von Hydrazinen und Aldehyden 184.

Chrommagnesitsteine, Analyse 222.

Chromotropsäure, Verwendung zur Bestimmung formaldehydbildender Steroide 79.

Citral, Bestimmung im Öl von Citrusfrüchten 225.

Citronensäure, Abtrennung durch Anionenaustauschchromatographie 53; R_f-Wert 203.

Citrusfrüchte, Bestimmung von Citral 225.

CMU, siehe 3-(p-Chlorphenyl)-1,1-dimethylharnstoff.

Cobalamine, papierchromatographische Trennung und mikrobiologische Bestimmung 398.

Codeinphosphat, Bestimmung in Gemischen 228.

Coffein, Mikronachweis in Kakaoerzeugnissen 77; Bestimmung in Gemischen 228.

Coffeminal, amperometrische Bestimmung 365.

Colorimeter zur Borbestimmung nach King 369.

Columbit, chromatographische Bestimmung von Niob und Tantal 143.

Cortex Chinae, Bestimmung der Gesamtalkaloide 318.

Coulometrische Titrationen, Bestimmung von Eisen mit Titan 281; elektrolytische Titration von Säuren, Schwefel, Mangan, Chrom und Vanadin ohne äußere Stromquelle 283; elektrolytisch-potentiometrische Bestimmungen von Säuren, Laugen, Schwefel und Kohlenstoff 282.

Crackkatalysatoren, spektroskopische Bestimmung von Metallverunreinigungen 275; Bestimmung der Aktivität von Crackkatalysatoren 156.

Cumarin, photometrische Bestimmung 158.

Cupral, Reagens zur colorimetrischen Kobaltbestimmung 385.

Cyanid, colorimetrische Bestimmung in Rauchgasen und Abwasser 449.

Cyanidlösungen, siehe Alkalicyanidlösungen.

5-Cyan-methyl-furan-2-carbonsäure-äthylester, katalytische Hydrierung 418.

Cyanoferrat (III), siehe Ferricyanid.

Cysteamin, papierchromatographische Trennung auf Carboxylpapier 289.

Cystin, papierchromatographische Bestimmung in Weizengliadinhydrolysaten 58; chromatographische Trennung und Isolierung als Dinitrophenylderivat 433.

DDT, Untersuchungsnormen 315.

Dead-stop-Endpunkt bei elektrometrischen Titrationen 368.

Dead-stop-Methode, Anwendung zur amperometrischen Zinkbestimmung 365.

7-Dehydrocholesterin, papierchromatographische Trennung von anderen Steroiden 291.

Desoxycholsäure, photometrische Bestimmung in der Galle 464; spektrophotometrische Bestimmung neben Cholsäure 399.

Dextrine, Bestimmung in technischer Glucose 73; in Kaffee-Extraktpulvern 76.

Diäthyldichlorsilan, polarographische Bestimmung 278.

Diäthylthiobarbitursäure, Bestimmung nach der Hypojoditmethode 228.

Diäthyldithiocarbaminat, chromatographische Trennung der Metall-Ionen in Form ihrer Komplexverbindungen mit Diäthyldithiocarbaminat 140; siehe auch Cupral.

Diaminocyclohexan-N, N, N′, N′-tetraessigsäure, siehe Komplexon IV.

4,2-Diaminophenyl-5′-thiazolsulfon, siehe Promizol.

Diazoniumverbindungen, Bestimmung durch Titration mit Phenolatlösungen 71.

2,6-Dibromchinon-4-chlorimid, Reagens auf Kresole 387.

Dichlorbenzaldehyd, Bestimmung mit Hydrazin und G-Orange als Indicator 185.

o-Dichlorbenzol, Dielektrizitätskonstante 164.

2,5-Dichlor-3,6-dioxy-1,4-benzochinon, siehe Chloranilsäure.

trans-Dichloro-bis-äthylendiamin-kobaltchlorid, Reagens zur Bestimmung von Antimon 66.

Dichlorphenolindophenol, Reagens zur Bestimmung von Reduktonen und Ascorbinsäure 320; Reagens zur Vitamin C-Bestimmung 447.

Didym, siehe Lanthanide.

Dieldrin, Untersuchungsnormen 315.

Dielektrizitätskonstanten organischer Verbindungen 161.

Dielektrometrie, Bestimmung von γ-Hexachlorcyclohexan und Isomeren 31.

Dielektrometrische Analyse, Anwendung zur Reinheitsprüfung 161.

Digitalisdrogen, chemische Wertbestimmung 319; biologische Standardisierungsmethoden 320.

Digitoxin, papierchromatographische Trennung von Gitoxin 89.

Digitoxose, Bestimmung 320.

Dilitursäure, Reagens zur Kaliumbestimmung 190.

N,N-Dimethyl-p-aminoanilin, Reagens zum Zuckernachweis 436.

p-Dimethylaminobenzaldehyd, Reagens zur photometrischen Bestimmung von Yohimbin 186.

p-Dimethylaminobenzylidenrhodanin, Reagens zur Silberbestimmung 371.

2-p-Dimethylaminostyrylchinolinäthylsulfat, Reagens zur spektrophotometrischen Phosphatbestimmung 439.

Dimethylanilin, Dielektrizitätskonstante 162, 164; Eichflüssigkeit für DK-Messungen 162.

Dimethyldichlorsilan, polarographische Bestimmung 278.

2,3-Dimethyl-d-glucose, chromatographische Bestimmung 436.

1,4-Dioxyanthrachinon, spektrophotometrische Bestimmung in Farbstoffen 316.

Diphenylamin, photometrische Bestimmung mit Hilfe der Lauthschen Reaktion 428.

Diphenyldichlorsilan, polarographische Bestimmung 278.

Dipikrylamin, Reagens zur Kaliumbestimmung 335, 364.

Disaccharide, Mikrobestimmung mit Fehlingscher Lösung 72.

Disalicylalpropylendiamin, Reagens zur Kupfer- und Nickelbestimmung 210.

Dithiocarbaminsäurederivate, Bestimmung nach der Hypojoditmethode 229.

Dithizon, Verwendung als Indicator bei der Fällungstitration von Blei 64.

Dolantin, toxikologischer Nachweis im Urin 239.

Dolomitischer Kalk, siehe Kalk.

Dowex 1, Verwendung als Ionenaustauscher bei der Trennung der Säuren des Citronensäurecyklus 53.

Dowex 2, Anionenaustauscher zur Bestimmung reduzierender Zucker 54; in Citratform 330.

Dowex 50, Adsorptionsmittel in der Säulenchromatographie 462, 463.

Düngemittel, Bestimmung der citratlöslichen Phosphorsäure 393; komplexometrische Ca- und Mg-Bestimmung 154; flammenphotometrische Kaliumbestimmung 42; Kaliumbestimmung mit Kalignost 62.

Edelkastanie, Analyse 74.

Eisen, Bestimmung durch Neutronenaktivierung 127; coulometrische Bestimmung mit Titanlösung 281; maßanalytische Bestimmung mit Perjodat 145; maßanalytische Bestimmung nach Reduktion mit Aluminiumpulver in Siliciumcarbid 441; papierchromatographische Bestimmung in Toubernit und Pechblende 56; papierchromatographische Trennung und Bestimmung 201; papierchromatographische Trennung von Al und Ti 202; photometrische Bestimmung in Aluminiumlegierungen 390; polarographische Bestimmung neben Kupfer in Bodenextrakten 359; polarographische Bestimmung in metallischem Nickel 359; spektralanalytische Bestimmung in Eisenerzen 126; in metallischem Zink 122; in Crackkatalysatoren 275; Bestimmung in Silicatschlacken usw. 314; Trennung von Aluminium durch Ausschütteln mit Diäthyläther und Tetrahydrofuran 353; Trennung von Al, Mg, Ni, U mittels Kationenaustauscher (Alginsäure) 168; polarographisches Verhalten des Komplexes mit Komplexon IV 363; siehe auch Gußeisen. Radio-Eisen.

Eisenerze, spektralanalytische Untersuchung 125.

Eisenpentacyanverbindungen, Verwendung zur Unterscheidung von Alkalilaugen von Erdalkalihydroxyallösungen 69.

Eisen(II), Titration mit Mangan(III)-lösung 367.

Eisen(III)-salze, Wasserbestimmung durch Karl-Fischer-Titration 436.

Elektrolytische Titrationen, siehe coulometrische Titrationen.

Elektrophorese, siehe Papierelektrophorese.

Elektrophotometer nach Musha 368.

Elementaranalyse, Chlor- und Brombebestimmung mit Quecksilberoxycyanid 303; mercurimetrische Chlor- und Brombestimmung 302; Mikro-C-H-Bestimmung 296; gleichzeitige C-H-S-Bestimmung 297; Schwefelbestimmung 297; Mikrostickstoffbestimmung nach Kjeldahl 297.

Eleudron, papierchromatographische Trennung und Bestimmung 207.

Enole, Titration im Dimethylformamid- oder Äthylendiaminlösung 50.

Entsalzung von Lösungen 289.

Enzymatische Reaktionen, Bestimmung des freiwerdenden Ammoniaks 461.

Erbium, siehe Lanthanide.

Erdalkalisulfide, Analyse der technischen Produkte 312.

Erdnüsse, Bestimmung von Hexachlorcyclohexan 453.

Erdöl, siehe Rohöle.

Erdölprodukte, Nachweis und Bestimmung in Brunnenwasser 388.

Ergosterin, papierchromatographische Trennung von anderen Steroiden 291.

Ergotinin, papierchromatographische Untersuchung 59.

Ergotoxin, papierchromatographische Untersuchung 59.

Erze, polarographische Kupferbestimmung 133.

Escherichia coli, Untersuchung des Stoffwechsels an Isoleucin und Valin 290.

Essigsäure, konduktometrische Titration mit Natronlauge 139.

Eubasin, papierchromatographische Trennung und Bestimmung 207.

Euvernil, papierchromatographische Trennung und Bestimmung 207.

Extractum Chinae, siehe Cortex Chinae.

Extractum Hydrastis liquidum, Bestimmung des Hydrastingehaltes 318.

Faecalfett, Bestimmung der Fettsäuren 396.

Fällungen aus homogener Lösung, Bleifällung als Phosphat 212.

Fenchelöl, Bestimmung von Anethol 225.

Ferricyanid, jodometrische Bestimmung 69.

Ferrochrom, Kohlenstoffbestimmung durch elektrolytische Titration 310; Schwefelbestimmung nach dem Entwicklungsverfahren 255.

Ferrowolfram, Siliciumbestimmung 220.

Fett, Bestimmung von Arsen in begiftetem Fett 76; butyrometrische Bestimmung in dickflüssigen Milcherzeugnissen 78; polarographische Peroxydbestimmung 361.

Fette, Bestimmung in Hundekuchen 75; des Wassergehaltes 74; dienometrische Bestimmung von konjugierten Doppelbindungen 157; Geruchs- und Geschmacksprüfung 442; Nachweis von Sesamöl 444; Phosphorbestimmung in phosphatidarmen Fetten 442; siehe auch Pferdefett, Speisefette.

Fettsäuren, Bestimmung der gesättigten und ungesättigten höheren Fettsäuren im Faecalfett 396.

Feuerfeste Massen, Analyse 313.

Fischorgane, Bestimmung von Trimethylaminoxyd 446.

Flammenphotometrie, Bestimmung von Ca und Mg in Serum 42; von Calcium in Bodenauszügen 42; von Kalium in Düngemitteln 42; von Natrium 275; von Natrium in Knochen 41; in Salzen organischer Säuren 41; Fehlerquellen bei der Blutanalyse 43; Rückflußzerstäuber mit geringem Flüssigkeitsverbrauch 40.

Flavonderivate, chromatographische Trennung 434.

Fleischextrakte, Tryptophanbestimmung 446.

Fluor, Bestimmung als PbBrF in Schweißflußmitteln 221; nach der Aluminium-Hämatoxylin-Methode im Wasser 152; mittels des Alizarin-Zirkon-Lacks im Trinkwasser 152.

Fluorescein, Nachweis durch Fluorescenz 414.

Fluorid, Nachweis durch die Ätzprobe 384.

Fluorimetrie, Abhängigkeit der Fluorescenzintensität von der Verdünnung; Bestätigung des Beerschen Lichtabsorptionsgesetzes bis in hohe Verdünnungen 401.

Fluorochrom, siehe oxypyrentrisulfosaures Natrium.

Fruchtsäfte, polarographische Bestimmung des gelösten Sauerstoffs 356.

d-Fructose, chromatographische Bestimmung 436.

Fructose-1,6-diphosphat, spektrophotometrische Bestimmung 395.

Fumarsäure, chromatographische Bestimmung 434; Abtrennung durch Anionenaustauschchromatographie 53; R_f-Wert 203.

Furfurol, potentiometrische Bestimmung 305.

Futter, colorimetrische Bestimmung des Kobalts mit β-Nitroso-α-naphthol 181.

Futtermittel, Bestimmung von Aureomycin 317; Bestimmung des Gehaltes an Sand 78; der Trockensubstanz 78; Nachweis von Harnstoff 451.

Gärprobe, Beeinflussung durch Fluor 73.

Galactose, chromatographische Bestimmung in Monosaccharidgemischen 55.

Gallensäuren, Bestimmung in der Galle 464.

Gallium, Bestimmung mit Kupferron neben Aluminium und Zink 244; mit 8-Oxychinolin 254; Bestimmung in technischen Aluminiumlegierungen 252.

Gelee, Bestimmung von Saccharose, Invertzucker und Glucose 444.

Gemüse, spektrophotometrische Arsenbestimmung 444.

Gerbstoffextrakte, polarographische Zuckerbestimmung 360.

Germanium, Organische Reagenzien zum spezifischen Nachweis 379; polarographische Bestimmung 279.

Gesteine, Uranbestimmung durch Neutronenaktivierung 430.

Getränke, Nachweis von Konservierungsmitteln durch Gärprobe 73.

Gewebe, Bestimmung von Nucleinsäure durch Infrarotabsorption 238; spektrophotometrische Bestimmung von Barbituraten 456; siehe auch Lebergewebe.

Gifte, modifizierter Analysengang nach Stas und Otto 238.

Gitoxin, siehe Digitoxin.

Globucid, papierchromatographische Trennung und Bestimmung 207.

Globuline, papierelektrophoretische Bestimmung 294.

Glucosamin, colorimetrische Bestimmung 397.

Glucose, amperometrische Titration mit Ferricyanid 366; papierchromatographische Bestimmung 55, 203; säulenchromatographische Bestimmung 436; Bestimmung in Gelee 444; in Kaffee-Extraktpulvern 76; in technischer Glucose 73.

N-Glucoside, papierchromatographische Trennung 205.

Glutaminsäure, Bestimmung durch Anionenaustauschchromatographie 53; chromatographische Trennung und Isolierung als Dinitrophenylderivat 433.

Glycerin, Bestimmung des Wassergehaltes 74; Wasserbestimmung nach dem Karl-Fischer-Verfahren 153.

Glycin, chromatographische Trennung und Isolierung als Dinitrophenylderivat 433.

Glykolsäure, R_f-Wert 203.

Gold, polarographische Bestimmung 278; im Harn 46.

Grün Nr. 6, Bestimmung von 1,4-Dioxyanthrachinon in Grün Nr. 6 316.

Gummimischungen, siehe ‚Methoden zur chemischen Analyse von Gummimischungen' 306 [L].

Gußeisen, polarographische Kupferbestimmung 133; spektralanalytische Bestimmung von Magnesium, Silicium und Kohlenstoff 123, 124.

Härte, Bestimmung in Wasser nach dem Komplexonverfahren 151.

Hafnium, Bestimmung neben Zirkon 65.

Halogene, Titration mit Silbernitrat und Jodstärke als Indicator 301; Bestimmung in organischen Verbindungen 300, 301; Bestimmung von Chlorid in Halogenidgemischen 261.

Halogeninsekticide, papierchromatographischer Nachweis 58.

Handbuch der analytischen Chemie. Zweiter Teil, Band VII 272; Dritter Teil, Band VIaα (Fresenius-Jander) 272 [L].

Harn, empfindlicher Arsennachweis durch induzierte Fällung von Kupfer-(I)-sulfid 440; Bestimmung von d-Amphetamin 397; der formaldehydbildenden Steroide 79; von 17-Ketosteroiden 79; von Schwefelkohlenstoff 460; chromatographische Bestimmung von Pantothensäure 462; papierchromatographische Bestimmung von Harnstoff 205; von Na, K, Ca und Mg 201; polarographische Bestimmung von Phenol 360; von Gold 46; spektralanalytische Borsäurebestimmung 126; siehe auch Urin.

Harnstoff, Nachweis in Futtermitteln 451.

Hefeprodukte, Bestimmung von Aneurin 446.

Heptan, Emissionsspektra von Gemischen mit Luft 276.

Herzwirksame Glucoside, chemische Wertbestimmung 319; colorimetrische Bestimmung 457.

Hexachlorcyclohexan, Analyse durch Ultrarotspektroskopie 315; polarographische und dielektrometrische Bestimmung und Bestimmung mittels Glaspulvermethode 25; Bestimmung in Erdnüssen und im Boden 453; papierchromatographische Trennung und Identifizierung der Stereoisomeren 58; Untersuchungsnormen 315.

γ-Hexachlorcyclohexan, Bestimmung neben Isomeren 25.

Hexametaphosphat, photometrische Bestimmung 9.

Hexosemonophosphat, spektrophotometrische Bestimmung 395.

Histamin, papierchromatographische Trennung auf Carboxylpapier 289.

Histidin, papierchromatographische Trennung auf Carboxylpapier 289.

Hochfrequenzoszillator 305.

Hochfrequenzpapyrographie 286.

Hochfrequenztitrationen, Theorie 284; theoretische Grundlagen und praktische Anwendung 283; Schwefelbestimmung im Petroleum 285.

Hochfrequenztitrationsgerät 285.

Hochpolymere Stoffe, Identifizierung durch massenspektrometrische Analyse 430.

Homöopathische Arzneimittel, papierchromatographische Untersuchung 206.

Hundekuchen, Bestimmung des Fettgehaltes 75.

Hydantoin, Titration in nichtwäßriger Lösung 51.

Hydrastin, Bestimmung in Rhizoma Hydrastis und Extr. Hydrastis liquidum 318.

Hydrastinin, Nachweis durch Fluorescenz 414.

Hydrazine, Bestimmung mit Aldehyden und G-Orange oder Chromazonrot A als Indicatoren 184.

Hydroxylamin, volumetrische Bestimmung mit Cer(IV)-sulfatlösung 380.

Hyflo Super-cel, siehe Kieselgur.

Hyoscin, chromatographische Bestimmung in Solanaceendrogen 141.

Hyoscyamin, chromatographische Bestimmung in Solanaceendrogen 141.

Hyponitrit, Bestimmung neben Nitrit und Nitrat 381.

Hypophosphat, papierchromatographische Bestimmung 287.

Hypophosphit, papierchromatographische Bestimmung 287.

Imide, Titration in Dimethylformamid- oder Äthylendiaminlösung 50.

Indicatoren, Dithizon als Indicator bei der Bleititration 64; G-Orange und Chromazonrot A als Indicatoren bei der Bestimmung von Hydrazinen und Aldehyden 184; Natriumstärkeglykolat als Indicator in der Jodometrie 80, siehe auch Redoxindicatoren, Mischindicator.

Indium, Bestimmung durch Neutronenaktivierung 430; komplexometrische Titration 6.

Indolderivate, Farbreaktion 186.

Induktion bei Redoxtitrationen 321.

Infrarotspektrometrie, Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid 233; Bestimmung von Nucleinsäure 238.

Innere Elektrolyse 325; Anwendung bei elektrolytischen Titrationen 283.

Inorganic thermogravimetric Analysis (Duval) 273 [L].

Inososе, polarographische Bestimmung 134.

Insecticide, siehe Halogeninsecticide.

Invertzucker, Bestimmung in Gelee 444.

Ionenaustausch, alkalimetrische Bestimmung von Salzen 52; Mikrobestimmung von Sulfat 52; alkalimetrische Bestimmung von Phosphat nach Abtrennung von Calcium durch Ionenaustausch 53; Trennung von Ketonen 54; Verhalten von Zuckern gegen Hydrogensulfit-Anionenaustauscher 54; Volumänderungen eines Ionenaustauschers als analytisches Hilfsmittel 53.

Ionenaustauschchromatographie, Trennung der Säuren des Citronensäure-Zyklus 53; Analyse von Chlorid-Bromidmischungen 197.

Ionenaustauscher, Verwendung in der analytischen Chemie 330; siehe auch Anionenaustauscher, Kationenaustauscher.

2-Isatoximmethyläther, Reagens zum Nachweis und zur Bestimmung von Kupfer 209.

Isoamylbromid, Dielektrizitätskonstante 163.

Isoamylnitrit, Dielektrizitätskonstante 163.

Isochinolin-Ammoniumthiocyanat, Reagens auf Cu, Co und Ni 62.

Isocitronensäure, Abtrennung durch Anionenaustauschchromatographie 53.

Isohemipinsäure, papierchromatographische Bestimmung 55.

Isoleucin, chromatographische Trennung und Isolierung als Dinitrophenylderivat 433.

Isonicotinsäure, Mikronachweis 455.

Isonicotinsäurehydrazid, Mikronachweis 455; spektrophotometrische und polarographische Bestimmung 233; Bestimmung in pharmazeutischen Zubereitungen durch Oxydation mit Dichromat 234.

Jod, amperometrische Bestimmung 137; Bestimmung in der Luft 149; Trennung des elementaren Jods von ionisiertem Jod durch Aktivkohle 110.

Jodat, potentiometrische Titration mit Jodidlösung 146.

Jodid, potentiometrische Titration mit Bromwasser 146.

K-6451, siehe p-Chlorphenyl-p-chlorbenzolsulfonat.

Kaffee, Bestimmung der einzelnen Kohlenhydrate in Extraktpulver 76; Bestimmung des Saccharosegehaltes in Rohkaffee 76.

Kakaoerzeugnisse, Nachweis von Theobromin und Coffein 77.

Kalignost, Reagens zur Kaliumbestimmung 191; siehe auch Natriumtetraphenyloborat, sowie Tetraphenyloborat.

Kalium, Bestimmung mit Dipikrylamin, amperometrisch 364; spektralphotometrisch 335; Bestimmung mit Kalignost neben Ca und Mg 61; in Düngemitteln 62; maßanalytische Bestimmung mit Natriumtetraphenyloborat (Kalignost) 1; neben Ammonium 241; Bestimmung durch Neutronenaktivierung 127; Bestimmung mit Natriumkobaltinitrit im Blutserum 235; colorimetrische Bestimmung als $K_2Ca\,[Ni(NO_2)_6]$ in Wasser 150; Bestimmung als Perchlorat, Dilituratund Tetraphenyloborat im Wein 188; flammenphotometrische Bestimmung in Düngemitteln 42; Mikrobestimmung als Chloroplatinat 370; papierchromatographische Bestimmung in Serum und Harn 201; polarographische Bestimmung 280; Bestimmung in Natriumhexacyanoferrat(II) 62.

Kaliumperjodat, Reagens zur Bestimmung von Cu, Hg, Zn, Co und Fe 145.

Kaliumsalze, colorimetrische Borbestimmung 155.

Kalk, Analyse von hochhydratisiertem dolomitischem Kalk 450.

Kaltdauerwellpräparate, Analyse 454.

Karl-Fischer-Reagens, Titerstellung mit Ammoniumoxalat 153.

Karl-Fischer-Verfahren, Anwendung zur Wasserbestimmung in der Sprengstoffchemie 153; in Fetten und Glycerin 74.

Katalyse bei Redoxtitrationen 321.

Kationen, Bestimmung auf Grund der Volumänderung eines Ionenaustauschers 53; siehe auch Metall-Ionen.

Kationenaustauscher, Alginsäure 167.

2-Ketoarabonsäure, papierchromatographischer Nachweis 57.

x-Ketogalactoheptonsäure, papierchromatographischer Nachweis 57.

2-Ketogalactonsäure, papierchromatographischer Nachweis 57.

x-Ketoglucoheptonsäure, papierchromatographischer Nachweis 57.

2-Ketogluconsäure, papierchromatographischer Nachweis 57.

5-Ketogluconsäure, papierchromatographischer Nachweis 57.

α-Ketoglutarsäure, Abtrennung durch Anionenaustauschchromatographie 53; chromatographische Bestimmung 434; R_f-Wert 203.

2-Ketoheptonsäure, papierchromatographischer Nachweis 57.

2-Ketohexonsäure, papierchromatographischer Nachweis 57.

2-Ketoidonsäure, papierchromatographischer Nachweis 57.

2-Ketomannoheptonsäure, papierchromatographischer Nachweis 57.

5-Ketomannonsäure, papierchromatographischer Nachweis 57.

α-Keto-β-methyl-n-valeriansäure, papierchromatographische Bestimmung 290.

Ketone, Trennung mittels Ionenaustausch 54.

2-Ketopentonsäure, papierchromatographischer Nachweis 57.

Ketosäuren der Zuckerreihe, papierchromatographischer Nachweis 57.

17-Ketosteroide, Bestimmung im Harn 79; photometrische Bestimmung 238.

α-Ketovaleriansäure, papierchromatographische Bestimmung 290.

Khellin, UV-spektrophotometrische Bestimmung im Blut 461.

Kieselgel, Adsorptionsmittel für Trichloräthylen 149; gepuffertes Kieselgel als Adsorptionsmittel in der Säulenchromatographie 141.

Kieselgur (Hyflo Super-cel), Adsorptionsmittel in der Säulenchromatographie 141.

Kieselsäure, Bestimmung in Silicatschlacken usw. 313; spektralanalytische Bestimmung in Eisenerz 126; Kieselsäure als Adsorptionsmittel in der Säulenchromatographie 432, 433.

Knochen, flammenphotometrische Bestimmung von Natrium 41.

Kobalt, Tüpfelnachweis mittels Isochinolin-Ammoniumthiocyanat 62; Bestimmung als Rhodanidkomplex 217; colorimetrische Bestimmung mit Cholin und Ferrocyanid 235; mit Cupral 385; mit β-Nitroso-α-naphthol 173; maßanalytische Bestimmung mit Perjodat 145; papierchromatographische Trennung und Bestimmung 201; polarographisches Verhalten des Komplexes mit Komplexon IV 362.

Kohlendioxyd, fortlaufende photometrische Bestimmung 378.

Kohlenhydrate, Bestimmung in Kaffeeextraktpulvern 76.

Kohlenmonoxyd, Absorptionsflüssigkeit nach Lebeau und Bedel 459; Halbmikrobestimmung im Blut 459; Bestimmung mit Palladiumchlorid in der Luft und in Blut 439; Bestimmung in Abgasen mittels „Uras"-Apparates 44.

Kohlenstoff, Bestimmung in organischen Verbindungen neben H und S 297; Mikrobestimmung in organischen Substanzen 296; potentiometrische oder elektrolytisch-titrimetrische Bestimmung in anorganischen und organischen Substanzen 309; elektrolytisch-potentiometrische Mikrobestimmung 282; spektralanalytische Bestimmung in schmiedbarem Gußeisen 124; Bestimmung des freien Kohlenstoffs in Borcarbid 310.

Kohlenwasserstoffe, massenspektrometrische Analyse 128.

Kohlenwasserstoffgemische, massenspektrometrische Analyse 429.

Komplexone, Anwendung zur Berylliumbestimmung 372, 374; zum Silbernachweis 371; zur Barium- und Sulfatbestimmung 377; zur Maskierung von Ca und Mg bei der Kaliumbestimmung mittels Kalignost 61; polarographisches Verhalten der Komplexe von Komplexon IV mit Metallen 362; siehe auch Äthylendiamintetraessigsäure.

Komplexometrische Titrationen, Bestimmung von Indium 6; von Natrium 370; von Phosphat nach Fällung als Magnesiumammoniumphosphat 214; von Zink in Medikamenten 455; von Calcium im Blutserum 235; von Ca und Mg in Düngemitteln 154; Härtebestimmung in Wasser 151.

Konduktometrische Titration, Apparatur 138; Bestimmung von Silbernitrat, Salzsäure, Essigsäure und Überchlorsäure 139; Titration mit Gleichstrom 138.

Konjugierte Doppelbindungen, dienometrische Bestimmung in Fetten, Ölen und in Vitaminen A_1 und D_2 157.

Konservierungsmittel, Beeinträchtigung des Nachweises durch Fluor 73.

Kreatinin, Bestimmung in Gegenwart von Phenolrot in Plasma und Urin 398; photometrische Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten 398.

o-Kresole, Bestimmung in Wasser 387.

Kümmelöl, Bestimmung von Carvon 225.

Kunstdünger, polarographische Bestimmung von Cu und Zn 47.

Kunstharze, polarographische Bestimmung von Mangan und Blei 359.

Kupfer, Mikronachweis mit 2-Isatoximmethyläther 209; Nachweis in Alkalicyanidlösungen 154; Tüpfelnachweis mit Isochinolin-Ammoniumthiocyanat 62; alkalimetrische Bestimmung 103; amperometrische Titration 363; Bestimmung mit 5,6-Benzochinaldinsäure 63; mit Disalicylalpropylendiamin 210; durch Katalyse der Autoxy

dation von Resorcin 437; als Kupfer (I)-thiocyanat 437; durch Neutronenaktivierung 127; mit Arsanilsäure 421; maßanalytische Bestimmung mit Perjodat 145; Mikrobestimmung mit 2-Isatoximmethyläther 210; papierchromatographische Bestimmung in Toubernit und Pechblende 56; papierchromatographische Trennung und Bestimmung 201; photometrische Bestimmung in Aluminiumlegierungen 390; polarographische Bestimmung in Aluminiumlegierungen 132; im Kunstdünger 47; in Stahl, Gußeisen und Erzen 133; potentiometrische Bestimmung 379; potentiometrische Bestimmung in Nickeloxyd, metallischem Nickel und Nickellösungen 221; spektralanalytische Bestimmung in metallischem Cadmium 123; Zink 122; in Crackkatalysatoren 275; spektrophotometrische Bestimmung nach Extraktion mit Caprinsäure 437; thermisches Verhalten des Dithizonats 372; polarographisches Verhalten des Komplexes mit Komplexon IV 362.

Kupferlegierungen, colorimetrische Berylliumbestimmung 373; polarographische Bleibestimmung in Kupfer-Beryllium-Legierungen 130.

Kupferron, Reagens zur Galliumbestimmung 244.

Lagermetalle, potentiometrische Zn-, Cu- und Sb-Bestimmung 380.

Lanthan, siehe Lanthanide.

Lanthanide, chromatographische Trennung 144.

Laugen, elektrolytisch-potentiometrische Mikrobestimmung 282.

Lebensmittel, Geruchs- und Geschmacksprüfung von Ölen und Fetten 442; Tryptophanbestimmung 446.

Lebensmittelfarben, chromatographische Identifizierung 140.

Lebergewebe, polarographische Zinkbestimmung 357.

Legierungen, Aluminiumbestimmung nach der Kryolithmethode 219; chromatographische Bestimmung von Niob und Tantal 143; Identifizierung durch Tüpfelproben 388; photocolorimetrische Vanadinbestimmung in zunderfesten Legierungen als Phosphorwolframvanadinkomplex 220; spektralanalytische Bestimmung kleiner Borgehalte in zunderfesten Legierungen 124; siehe auch Aluminium-, Cadmium-, Kupfer-, Magnesium-, Mangan-, Niob-, Wolfram-, Zink-, Zinnlegierungen.

Leitfähigkeit, Ca- und Sr-Bestimmung durch Leitfähigkeitsmessung 376; Gerät zur Ermittlung der Normalität von Titerlösungen 295.

Leitfähigkeitstitration, Anwendung zur Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl 300.

Leuchtgas, polarographische Bestimmung von Sauerstoff, Schwefelwasserstoff, Benzol 356.

Leucin, chromatographische Trennung und Isolierung als Dinitrophenylderivat 433.

Linolensäure, Bestimmung spektrophotometrisch und nach dem Hexabromidverfahren 75.

Liquor, papierchromatographische Bestimmung von Harnstoff 205.

Lithium, polarographische Bestimmung 280.

Lösungsmittelextraktor, Verwendung eines rotierenden Extraktors in der Analyse 61.

Loranil, papierchromatographische Trennung und Bestimmung 207.

Luminal, amperometrische Bestimmung 365.

Luft, Bestimmung von Schwefelkohlenstoff 460; gleichzeitige Bestimmung von H_2S und CS_2 15; Kohlenoxydbestimmung mit Palladiumchlorid 439; siehe auch atmosphärische Luft.

Lysin, chromatographische Trennung und Isolierung als Dinitrophenylderivat 433; papierchromatographische Trennung auf Carboxylpapier 289.

Magnesium, amperometrische Bestimmung 280, 363; potentiometrische und amperometrische Bestimmung 366; flammenphotometrische Bestimmung neben Ca in Serum 42; komplexometrische Bestimmung in Düngemitteln 154; papierchromatographische Bestimmung in Serum und Harn 201; photometrische Bestimmung als Oxinat 450; spektralanalytische Bestimmung in Eisenerzen 126; in Gußeisen 123; in Crackkatalysatoren 275; Trennung von Eisen mittels Kationenaustauscher (Alginsäure) 168; Trennung

von V, Fe, Al, Cu, Ni, Co mit Hilfe von Anionenaustauschern in Citratform 334; Bestimmung von Spurenelementen durch Aktivierungsanalyse in metallischem Magnesium 127.

Magnesiumoxyd, Adsorptionsmittel in der Säulenchromatographie 435.

Magnesiumlegierungen, photometrische Bestimmung von Aluminium 307; von Zirkon 65; polarographische Bestimmung des Zirkongehaltes 131; spektralanalytische Bestimmung von Nickel und Cer 121, 122.

Magnesol (synthetisches hydratisiertes Magnesiumsilicat), Adsorptionsmittel in der Säulenchromatographie 434.

Maleinsäure, Abtrennung durch Anionenaustauschchromatographie 53.

Malonsäure, Abtrennung durch Anionenaustauschchromatographie 53; R_f-Wert 203.

Maltose, Bestimmung in Kaffee-Extraktpulvern 76; Bestimmung in technischer Glucose 73.

Malzprodukte, Bestimmung von Aneurin 446.

Mangan, Nachweis und Bestimmung als Mangan(III)-Komplex mit Triäthanolamin 359; amperometrische Bestimmung im Stahl 137; potentiometrische und amperometrische Bestimmung 366; photocolorimetrische Titration in Stahl 219; elektrolytische Titration ohne äußere Stromquelle 283; jodometrische Bestimmung mit Hilfe von Triäthanolamin 384; maßanalytische Bestimmung in Uran 389; photometrische Bestimmung in Aluminiumlegierungen 390; polarographische Bestimmung 359; polarographische Bestimmung in Kunstharzen 359; in metallischem Nickel 359; spektralanalytische Bestimmung in Eisenerzen 126; in hochlegiertem Stahl 125; in Magnesiumlegierungen 122; polarographisches Verhalten des Komplexes mit Komplexon IV 363.

Manganbronze, photometrische Aluminiumbestimmung 307.

Mangan(III)-komplex mit Triäthanolamin 384.

Mangan(III)-lösung, Anwendung als oxydimetrisches Reagens 367.

Margarine, Nachweis von Sesamöl 444.

Maßanalyse, Theorie und Praxis der klassischen und der elektrochemischen Titrierverfahren (Jander und Jahr 40 [L]).

Massenspektrometrie, Analyse flüssiger Kohlenwasserstoffgemische 429; Aufzeichnungssystem für das Massenspektrometer 429; Bestimmung der ^{15}N-Konzentration 429; Identifizierung von hochpolymeren Stoffen 430; Identifizierung von Thiophen- und Benzolhomologen 129; Kohlenwasserstoffgruppenanalyse 128; Rechenmethode zur Auswertung von massenspektrometrischen Analysen 128.

Medikamente, komplexometrische Zinkbestimmung 455.

Mehl, Bestimmung von Pyrethrinspuren 445; siehe auch Alfalfamehl.

Menthofuran, Bestimmung in Pfefferminzöl 225.

2-Mercapto-4-p-dimethylaminobenzalthiazolon-5, Reagens zum Nachweis von Silber und Quecksilber 211.

Mesityloxyd, Trennung von Aceton durch Ionenaustausch 54.

Mesoinosit, siehe Inosose.

Metahemipinsäure, papierchromatographische Bestimmung 55.

Metalle, Identifizierung durch Tüpfelproben 388; Trennungen mit Anionenaustauschern in Citratform 330.

Metallgegenstände, zerstörungsfreie Untersuchung 368.

Metall-Ionen, chromatographische Trennung an Aluminiumoxyd 140; chromatographische Trennung als Oxinate 432.

Metaphosphat, Nachweis neben Tripolyphosphat 65; neben Polyphosphat mittels „Acivet" 66.

Methadon, Mikronachweis 455.

Methanol, papierchromatographische Bestimmung neben Äthanol 56; polarographische Analyse in wasserfreiem Methanol 133.

Methionin, chromatographische Trennung und Isolierung als Dinitrophenylderivat 433.

Methoden zur chemischen Analyse von Gummimischungen (Frey) 306 [L].

Methoxychlor, Untersuchungsnormen 315.

Methylal, Dielektrizitätskonstante 164.

1,4-Methylaminophenylquecksilberacetat, Reagens auf Nitrit 213.

Methylolphenole, papierchromatographische Trennung 291.

1-(4-Methylphenylazo)-2-naphthol, Bestimmung in dem Farbstoff 1-(2-Nitro-4-methylphenylazo)-2-naphthol 317.

4-Methyl-2-thiouracil, Bestimmung nach der Hypojoditmethode 228.

Methyltrichlorsilan, polarographische Bestimmung 278.

Mikroanalyse, Methode der „drei Wägungen" 208.

Milch, Standardisierung der Milchfettbestimmung 77; siehe auch Milcherzeugnisse sowie Molkereiprodukte.

Milcherzeugnisse, butyrometrische Fettbestimmung in dickflüssigen Erzeugnissen 78.

Milchprodukte, Tryptophanbestimmung 446.

Milchsäure, Bestimmung durch Anionenaustauschchromatographie 53; chromatographische Bestimmung 434; R_f-Wert 203.

Mineralien, Uranbestimmung durch Neutronenaktivierung 430.

Mineralwässer, papierchromatographische Aluminiumbestimmung 92.

Mischindicator nach Ma und Zuazaga 299.

Mischsäure, Wasserbestimmung nach dem Karl-Fischer-Verfahren 153.

Mischsprengstoff HTA, Wasserbestimmung nach dem Karl-Fischer-Verfahren 154.

Mohnkapseln, colorimetrische Morphinbestimmung 230.

Molke, Bestimmung der Trockensubstanz 78.

Molkereiprodukte, Bestimmung der Trockensubstanz 78; Standardisierung der Fettbestimmung 77.

Molybdän, Bestimmung durch Röntgenstrahlen-Fluorescenzanalyse 431; papierchromatographische Trennung und Bestimmung 201; spektralanalytische Bestimmung in hochlegiertem Stahl 125; Trennung von Wolfram über die Calciumsalze 170; polarographisches Verhalten des Komplexes mit Komplexon IV 363.

Monojodbenzol, Dielektrizitätskonstante 164.

Monosaccharide, chromatographische Analyse eines Gemisches von Galactose, Glucose, Arabinose und Xylose 55.

Morin, Reagens zur Berylliumbestimmung 374.

Morphin, Nachweis durch UV-Absorption in Organteilen 231; colorimetrische Bestimmung in Mohnkapseln 230; in Opium 457; polarographische Bestimmung 362.

Mutterkornalkaloide, colorimetrische Bestimmung mit der van Urkschen Farbreaktion 232.

Natrium, Bestimmung durch Neutronenaktivierung 127; flammenphotometrische Bestimmung 275; im Blut 43; in Knochen 41; in Salzen organischer Säuren 41; komplexometrische Mikrobestimmung 370; papierchromatographische Bestimmung in Serum und Harn 201; polarographische Bestimmung 280.

Natriumborhydrid, volumetrische Bestimmung 450.

Natriumdiäthyldithiocarbaminat, siehe Cupral, sowie Diäthyldithiocarbaminat.

Natriumhexacyanoferrat(II), Bestimmung des Kaliumgehaltes 62.

Natriumhyponitrit, Bestimmung neben Nitrit und Nitrat 381.

Natriummethylatlösung, Maßflüssigkeit für Titrationen in Dimethylformamid- oder Äthylendiaminlösung 50.

Natriumnitrat, Bestimmung neben -hyponitrit und -nitrit 381.

Natriumnitrit, Bestimmung neben -hyponitrit und -nitrat 381.

Natriumsulfid, siehe Alkalisulfide.

Natriumtetraphenyloborat, Reagens zur Bestimmung von Kalium 1, 61.

Natriumkobalt(III)-nitrit, Reagens zum Nachweis von Kalium 62.

Naphthionsäure, Nachweis durch Fluorescenz 414.

α-Naphthylamin, photometrische Bestimmung mit Hilfe der Lauthschen Reaktion 428.

Nebennieren, spektrophotometrische Bestimmung der Ascorbinsäure 400.

Nephelometrie, Bestimmung von Cholesterin 79.

Neucoccin, Nachweis durch Fluorescenz 414.

Neutronenaktivierungsanalyse, Bestimmung kleiner Mengen Indium 430; Bestimmung kleiner Uranmengen in Gesteinen und Mineralien 430; siehe auch Aktivierungsanalyse.

Nichtwäßrige Lösungen, potentiometrische Messungen 51; siehe auch Titration in nichtwäßrigen Lösungen.

Nickel, Tüpfelnachweis mit Isochinolin-Ammoniumthiocyanat 62; alkalimetrische Bestimmung 103; Bestimmung mit Disalicylalpropylendiamin 210; papierchromatographische Trennung und Bestimmung 201; photometrische Bestimmung mit Dimethylglyoxim 267; photometrische Bestimmung in Aluminiumlegierungen 390; in Uran 389; polarographische Bestimmung in Aluminiumlegierungen 132; spektralanalytische Bestimmung in Magnesiumlegierungen 121; in hochlegiertem Stahl 125; in Crackkatalysatoren 275; Trennung von Eisen mittels Kationenaustauscher (Alginsäure) 168; polarographisches Verhalten des Komplexes mit Komplexon IV 363; potentiometrische Bestimmung von Kupfer in Nickelmetall 221; polarographische Bestimmung von Mangan und Eisen in metallischem Nickel 359.

Nickellösungen, potentiometrische Bestimmung des Kupfergehaltes 221.

Nickeloxyd, potentiometrische Bestimmung des Kupfergehaltes 221.

Nicotin, chromatographische Bestimmung in Tabak 435.

Nicotinsäure, Mikronachweis 455.

Nicotyrin, Mikronachweis 455.

Niob, Bestimmung durch Röntgenstrahlen-Fluorescenzanalyse 431; chromatographische Bestimmung in Erzen, Mineralien, Legierungen, Stahl und im Boden 143; chromatographische Trennung von Tantal 142.

Niobcarbid, Bestimmung in Stahl 218.

Nitrat, Mikrokristallnachweis mit 1,4-Aminophenylquecksilberacetat 213; Bestimmung durch Überführen in Formiat und Oxalat 212; polarographische Bestimmung neben Nitrit 47.

Nitrit, Nachweis mit 1,4-Aminophenylquecksilberacetat, 1,4-Methylaminophenylquecksilberacetat, 1,4-Äthylaminophenylquecksilberacetat und Chinolinquecksilberacetat 213; Bestimmung mit Mangan(III)-reagenslösung 367; polarographische Bestimmung neben Nitrat 47.

Nitrocellulose, Wasserbestimmung nach dem Karl-Fischer-Verfahren 154.

Nitroglycerin, Wasserbestimmung nach dem Karl-Fischer-Verfahren 154.

1-(2-Nitro-4-methylphenylazo)-2-naphthol, Bestimmung von beigemengtem 1-(4-Methylphenylazo)-2-naphthol 317.

ε-Nitro-γ-oxo-n-capronsäure, katalytische Hydrierung 419.

Nitropenta, Wasserbestimmung nach dem Karl-Fischer-Verfahren 154.

Nitrophenylhydrazindisulfonsäure, maßanalytische Bestimmung mit Benzaldehydsulfonsäure 185.

Nitrosophenylhydroxylamin, siehe Kupferron.

Nornicotin, chromatographische Bestimmung im Tabak 435.

Nucleinsäure, absorptionsspektrometrische Bestimmung durch Infrarotabsorption in Geweben 238.

Obst, spektrophotometrische Arsenbestimmung 444.

Obstsäfte, polarographische Bestimmung des gelösten Sauerstoffs 356.

sek. n-Octanol, Dielektrizitätskonstante 164.

Öle, dienometrische Bestimmung von konjugierten Doppelbindungen 157; Geruchs- und Geschmacksprüfung 442.

Oligosaccharide, papierchromatographische Bestimmung 203.

Opium, colorimetrische Bestimmung des Morphingehaltes 457; polarographische Bestimmung von Morphin 362; Gerbsäurereaktion 231.

Orange I, Nachweis durch Fluorescenz 414.

G-Orange, Indicator bei der Bestimmung von Hydrazinen und Aldehyden 184.

Organisation mondiale de Santé, Untersuchungsnormen für Insecticide 315.

Organische Reagenzien, Spezifität 295.

Organische Säuren, chromatographische Trennung 434; Extraktion aus wäßrigen Medien 83; papierchromatographische Schnellbestimmung 202; Titration in nicht wäßrigen Lösungen 83.

Organische Substanzen, Bestimmung kleiner Kohlenstoffmengen 309; chromatographische Analyse 139.

Organische Verbindungen, Halogenbestimmung 300; potentiometrische Halogenbestimmung 301; mercurimetrische Chlor- und Brombestimmung 302; Chlor- und Brombestimmung mit Quecksilberoxycyanid 303; gleichzeitige C-H-S-Bestimmung 297; Mikro-C-H-Bestimmung 296; Mikrostickstoffbestimmung nach Kjeldahl 297; Schwefelbestimmung 297; elektrolytisch-potentiometrische Schwefelbestimmung 282; papierchromatographische Analyse radioaktiv markierter organischer Substanzen 286.

Organteile, Nachweis von Strychnin, Brucin und Morphin 231.

Orthophosphat, papierchromatographische Bestimmung 287.

Osmium, colorimetrische Bestimmung mit Thioharnstoff, gravimetrische Bestimmung mit Thionalid 386; polarographische Bestimmung 277.

Oxalessigsäure, R_f-Wert 203.

Oxalsäure, R_f-Wert 203.

Oxin, siehe 8-Oxychinolin.

Oxinate, Trennung der Metalloxinate durch Säulenchromatographie 432.

8-Oxychinolin, amperometrische Bestimmung mit Bromat 364.

Oxypyrentrisulfosaures Natrium, Reagens für Fluorescenzmessungen; fluorimetrischer Nachweis 402.

Palladium, polarographische Bestimmung neben Gold und Platin 278.

Panthenol, chemische Bestimmung 463.

Pantopon, polarographische Bestimmung neben Scopolamin 136.

Pantothensäure, Bestimmung in Weizen 74; chromatographische Bestimmung im Harn 462.

Papierchromatographie, Abhängigkeit der R_f-Werte von den Versuchsbedingungen 198; Analyse radioaktiv markierter organischer Substanzen 286; Anfärben von Chromatogrammen nach der Tauchtechnik 286; Anwendung zur Beurteilung des Reaktionsverlaufes bei Hydrierungen 416; Apparatur nach Lang 91; Hochfrequenzpapyrographie 286; Gerät zur Registrierung farbloser Verbindungen auf Chromatogrammen 291; photographische Auswertung von Papierchromatogrammen 55; Tüpfelbegrenzung durch ringförmig aufgetragenes eutektisches Gemenge 55; Analyse eines anorganischen Kationengemisches 200; Technik anorganischer Trennungen 200; Trennung anorganischer Ionen an Carboxylpapier 289; Aluminiumbestimmung in Mineralwässern 92; Trennung von Al, Ti und Fe 202; Bestimmung von Na, K, Ca und Mg in Serum und Harn 201; der Sauerstoffsäuren des Phosphors und Arsens 287; Trennung von U, Cu und Fe in Toubernit und Pechblende 56; Bestimmung von Alkaloiden 207, 288; Untersuchung alkaloidhaltiger Tinkturen 207; p-Aminohippursäure und Phthalsäure als Sprühreagenzien auf Zucker 57; Bestimmung von Aminosäuren 205; Aminosäuren im Urin 289; von basischen Aminosäuren auf Carboxylpapier 289; Trennung der Cobalamine 398; Bestimmung von Cystin in Weinzengliadinhydrolysaten 58; Trennung von Digitoxin und Gitoxin 89; Umkehrphasenchromatographie zur Trennung von Digitoxin und Gitoxin 89; Untersuchung von Ergotoxin und Ergotinin 59; Bestimmung von d-Glucose und ihrer Oligosaccharide 203; Trennung von N-Glucosiden 205; von Halogeninsecticiden 58; Bestimmung von Harnstoff in Harn usw., 205; Nachweis und Trennung stereoisomerer Hexachlorcyclohexane 58; Bestimmung von α-Ketovaleriansäure und α-Keto-β-methyl-n-valeriansäure 290; von Methanol-Äthanol bzw. R-Säure und G-Säure 56; von Mono- und Polymethylolphenolen 291; von Phenolen 203; von organischen Säuren 202; der Steroidsapogenine und ihrer Acetate 59; Trennung und Bestimmung von Sulfonamiden 207; Bestimmung von Thiamin (Vitamin B_1) 60; Untersuchung von Urtinkturen des Homöopathischen Arzneibuches 206; Bestimmung von Vanillin und Syringaaldehyd 56; Trennung des Vitamins D von anderen Steroiden 290; von Zuckergemischen 294; Nachweis von Ketosäuren der Zuckerreihe 57.

Papierelektrophorese, Apparatur nach Enzinger 292; Apparatur nach Ta-

keda und Mitarb. 294; Gerät zur Registrierung farbloser Verbindungen auf Elektropherogrammen 291; Analyse der Serumproteine 293; Bestimmung von Stickstoff in Proteinfraktionen 293; Trennung von Zuckergemischen 294.

Paraldehyd, Dielektrizitätskonstante 164.

PAS, siehe p-Aminosalicylsäure.

Pechblende, papierchromatographische Bestimmung von U, Cu, Fe 56.

Penicillin, chemische Bestimmung in Kulturflüssigkeiten 80.

Penicillin G, Nachweis und Bestimmung 319.

Pentaerythritoltetranitrat, siehe Nitropenta.

Pentosane, polarographische Bestimmung in Cellulose 360.

Pepsin, Identifizierung durch massenspektrometrische Analyse 430.

Percain, fluorimetrische Bestimmung 457.

Perchlorsäure, siehe Überchlorsäure.

Percuprimetrische Titrationen, Bestimmung von Proteinen 237.

Perjodat, Reagens zur maßanalytischen Tellurbestimmung 215; siehe auch Kaliumperjodat.

Permanganat, Reduktion durch innere Elektrolyse an einer Zinkanode 327.

Permanganatlösung, Titerstellung durch elektrolytische Titration 283.

Permutit ES, Verwendung als Ionenaustauscher 52.

Permutit QX, Verwendung als Ionenaustauscher für Bestimmung von Kationen 53.

Peroxyde, polarographische Bestimmung in Fett 361.

Pervitin, toxikologischer Nachweis im Urin 239.

Petroleum, polarographische Bestimmung von elementarem Schwefel 358; Schwefelbestimmung durch Hochfrequenztitration 285.

Pfefferminzöl, Bestimmung von Menthofuran 225.

Pferdefett, Bestimmung neben Schweine- und Rinderfett 75.

Pflanzen, Borsäurebestimmung 223.

Pflanzenmaterial, photometrische Magnesiumbestimmung 450.

Pflanzensubstanzen, colorimetrische Phosphorsäurebestimmung 392.

Pflanzliche Produkte, spektrochemische Analyse 274.

Pharmazeutische Zubereitungen, Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid 234.

Phenacetin, Bestimmung in Gemischen 228.

Phenol, polarographische Bestimmung in Harn und Wasser 360.

Phenole, papierchromatographische Trennung 203.

Phenolverbindungen, Nachweis mittels Nitroprussidnatrium und Hydroxylamin 69.

3-(α-Phenyl-β-acetyläthyl)-4-oxycumarin, qualitativer Nachweis 316.

Phenylalanin, chromatographische Trennung und Isolierung als Dinitrophenylderivat 433.

N-Phenylaminobenzoesäuren, Anwendung als Redoxindicatoren 208.

Phenylendiamin, photometrische Bestimmung mit Hilfe der Lauthschen Reaktion 428.

Phenyltrichlorsilan, polarographische Bestimmung 278.

Phosphat, alkalimetrische Bestimmung nach Abtrennung von Ca durch Ionenaustausch 53; colorimetrische Bestimmung neben Arsenat 214; Bestimmung von anorganischem Phosphat als Phosphormolybdänsäure in biologischem Material 236; Bestimmung in Gegenwart von zwei- und mehrwertigen Metallen als Magnesiumammoniumphosphat 214; maßanalytische Bestimmung in Agglomerat 223; potentiometrische und amperometrische Bestimmung 366; spektrophotometrische Bestimmung in biologischem Material 439.

Phosphate, Bariumchloridmethode zur Bestimmung polymerer Phosphate 311.

Phosphit, papierchromatographische Bestimmung 287.

Phosphor, Bestimmung durch Neutronenaktivierung 127; Bestimmung in phosphatidarmen Fetten 442.

Phosphorsäure, Bestimmung der citratlöslichen Phosphorsäure in Dünge-

mitteln 393; colorimetrische Bestimmung als Molybdänblau im Boden 393; colorimetrische Bestimmung in Pflanzensubstanzen 392; photometrische Bestimmung 9.

Phosphorsäuren, papierchromatographische Bestimmung 287.

Photometer für ultraviolettes Licht nach Stoljarov und Stoljarova 209.

Photometrische Bestimmungen, Korrektur für Trübungen 43.

Phthalsäure, Sprühreagens zum Zuckernachweis in der Papierchromatographie 57.

α-Picolin, Dielektrizitätskonstante 164.

Pikrinsäure, Wasserbestimmung nach dem Karl-Fischer-Verfahren 154.

Piperonylbutoxyd, Bestimmung 159.

Plasma, Bestimmung von d-Amphetamin 397; Bestimmung von Kreatinin in Gegenwart von Phenolrot 398.

Platin, gravimetrische Mikrobestimmungsmethoden 442.

Polamidon, toxikologischer Nachweis im Urin 239.

Polarographie, Analyse in wasserfreien Lösungsmitteln 133; Ausschaltung des Einflusses des Kapazitätsstroms bei der polarographischen Analyse 45; automatische Messung der Tropfzeit einer Quecksilbertropfelektrode 276; automatische Registrierung oszillographischer Polarogramme 277; Bestimmung kleiner Basenmengen 280; wasserunlöslicher Substanzen 361; Polarographie sehr stark verdünnter Lösungen 129; Polarographiergefäß nach Hale 276; polarographisches Verhalten von Komplexon IV 362; Registrierpolarograph 129; „single-sweep"-Verfahren 277; Verwendung von Äthylendiamintetraessigsäure 48; Untersuchung der Komplexe von Quecksilber mit Äthylendiamintetraessigsäure 130; Zusatzgerät zur Aufnahme von Differentialpolarogrammen 44; Bestimmung von Alkali- und Erdalkalimetallen nebeneinander 280; Analyse von Aluminiumlegierungen 132; Bestimmung von Blei in Kupfer-Beryllium-Legierungen 130; von Cadmium in Aluminiumlegierungen 281; von Eisen neben Kupfer in Bodenextrakten 359; von Germanium 279; von Gold 278; von Gold in Harn 46; von Kupfer in Stahl, Gußeisen und Erzen 133; von Kupfer und Zink im Kunstdünger 47; von Mangan 359; von Nickel in Aluminiumlegierungen 132; von Nitrat und Nitrit 47; von Osmium 277; von Palladium neben Gold und Platin 278; von Sauerstoff in Leuchtgas 356; von in Getränken gelöstem Sauerstoff 356; von elementarem Schwefel in Rohölen 358; von Schwefelkohlenstoff 358; von Schwefelwasserstoff und Benzol in Leuchtgas 356; von Schwefelwasserstoff in der Luft 130; von Tetrathionat neben anderen Sauerstoffsäuren des Schwefels 47; von Thorium als Jodat 279; von Zink in Cadmiumlegierungen 155; von Zink in Lebergewebe 357; von Zinn in Zinklegierungen 131; von Zirkon in Magnesiumlegierungen 131; von N-Allylnormorphin 231; von Ascaridol und Chenopodiumöl 137; von Ascorbinsäure 135; von Benzaldehyd in Wein 49; von Blutsauerstoff 357; von γ-Hexachlorcyclohexan und seinen Isomeren 26; von Inosose 134; von Isonicotinsäurehydrazid 233, 234; von Morphin 362; von Nitroderivaten der Alkaloide 136; von Organochlorsilanen 278; von Pentosanen in Cellulose 360; von Phenol in Harn und Wasser 360; von Riboflavin 49; von Scopolamin und Pantopon 136; von Tryptophan 49; von Tyrosin 135; von Zucker in Gerbstoffextrakten 360.

Polyphosphat, siehe Tripolyphosphat.

Polysulfid, Bestimmung in Alkali- und Erdalkalisulfiden 313.

Polythionate, Bestimmung nach der Quecksilberchloridmethode 383.

Porphyrin, Nachweis durch Fluorescenz 414.

Prolin, chromatographische Trennung und Isolierung als Dinitrophenylderivat 433.

Promizol, Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten neben p-Aminosalicylsäure 228.

Prontalbin, papierchromatographische Trennung und Bestimmung 207.

4-Propyl-2-thiouracil, Bestimmung nach der Hypojoditmethode 228.

Proteine, elektrophoretische Stickstoffbestimmung 293; percuprimetrische Titration 237; Tryptophanbestimmung 446; siehe auch Serumproteine.

Pyramidon, Bestimmung in Gemischen 228.

Pyranisaminmaleat, Nachweis durch Mikrokristallfällung 227.

Pyrethrin, Bestimmung in Mehl 445; Untersuchungsnormen 315.

Pyribenzaminhydrochlorid, Nachweis durch Mikrokristallfällung 227.

Pyrophosphat, papierchromatographische Bestimmung 287.

Pyrophosphit, papierchromatographische Bestimmung 287.

Qualitative Analyse, Ersatz von H_2S und $(NH_4)_2S$ durch organische Sulfide 60.

Quantitative Analyse, siehe Ausführung quantitativer Analysen 272.

Quecksilber, alkalimetrische Bestimmung 103; Bestimmung durch Mischfarbencolorimetrie im Urin 394; maßanalytische Bestimmung mit Perjodat 145; papierchromatographische Trennung von Pb und Bi auf Carboxylpapier 289; polarographische Untersuchung der Komplexe mit Äthylendiamintetraessigsäure 130; Tüpfelnachweis mit 2-Mercapto-4-p-dimethylaminobenzalthiazolon-5 211;

Quecksilber(I), gravimetrische Bestimmung im Mikrogrammbereich 64.

Quecksilberfulminat, Wasserbestimmung nach dem Karl-Fischer-Verfahren 154.

Quercetin, Reagens zum Cernachweis 378.

Radioaktive Indicatoren, papierchromatographische Analyse radioaktiv markierter organischer Substanzen 286.

Radiochemische Arbeitsweise, analytische Anwendung 126.

Radio-Eisen, Abtrennung aus biologischem Material 237.

Radioisotope, Bestimmung in Gegenwart ihrer radioaktiven Tochtersubstanzen 431.

Raffinose, chromatographische Bestimmung 436.

Rauchgase, colorimetrische Cyanidbestimmung 449.

Reaktion von Lauth, Anwendung zur Bestimmung von Anaesthesin und aromatischen Aminen 426.

Redoxindicatoren, p- und m-N-Phenylaminobenzoesäuren 208.

Redoxtitrationen, Katalyse und Induktion 321.

Reduktone, Titration mit Dichlorphenolindophenol 320.

Registrierpolarograph, siehe Polarographie.

Revon, Bestimmung von Alginaten in den Ausrüstungsbädern 223.

l-Rhamnosehydrat, chromatographische Bestimmung 436.

Rhizoma Hydrastis, Bestimmung des Hydrastingehaltes 318.

r_H-Messung, Grundlagen der Meßmethoden 295.

Riboflavin, polarographische Bestimmung in Tabletten und Ampullen 49.

Röntgenanalyse, Anwendung zur Bestimmung von Barbituraten 228.

Röntgenstrahlenfluorescenzanalyse, Erzielung hoher Auflösung 431.

Rohöl, Bestimmung von Natriumchlorid 451.

Rohöle, polarographische Bestimmung von elementarem Schwefel 358.

Rubidium, polarographische Bestimmung 280.

Saccharose, Bestimmung in Gelee 444; in rohem Kaffee 76; chromatographische Bestimmung 436.

Säulenchromatographie, Adsorptionsmittel: Aluminiumoxyd 462, 463; Cellulose 142, 144; Dowex 50 462; Kieselgel 141; Kieselgur (Hyflo Super-cel, Celite) 141; Kieselsäure, Celite, Silicagel, Magnesol, Magnesiumoxyd, Stärke, Whatman-Filter 432; Aktivierung von technischem Aluminiumhydroxyd 139; Standardisierung der Adsorbenzien für die Vitamin A-Bestimmung 435; Analyse anorganischer Substanzen 432; Apparatur mit automatischem Fraktionsteiler 139; Apparatur zur automatischen chromatographischen Trennung von Zuckern 436; laufende Registrierung der Trennungsergebnisse mit Hilfe der Interferometrie und Refraktion 432; Bestimmung von Carotin in einer Säule aus MgO und „Filter aid“ 74; Identifizierung von Lebensmittelfarben 140; Bestimmung von Khellin 461; von Panthenol 463; von Pantothensäure im Harn 462; von Nicotin und Nornicotin 435; Trennung ali-

phatischer Säuren 141; der Aminosäuren in Form ihrer Dinitrophenylderivate 433; der Flavonderivate 434; der Lanthanide 144; der Metall-Ionen an Aluminiumoxyd 140; der Metall-Ionen als Oxinate an Kieselsäure 432; von Niob und Tantal an Cellulose 142; der organischen Säuren 434; siehe auch Verteilungschromatographie.

Schädlingsbekämpfungsmittel, Analyse von technischen Hexachlorcyclohexanpräparaten durch Ultrarotspektroskopie 315; Bestimmung von 3-(p-Chlorphenyl)-1,1-dimethylharnstoff (CMU) 452; von Hexachlorcyclohexan 453; von Piperonylbutoxyd 159; von Zinkphosphid 314; von p-Chlorphenyl p-chlorbenzolsulfonat 452; Nachweis von 3-(α-Phenyl-β-acetyläthyl)-4-oxycumarin 316; Übersicht über Analysenmethoden 314; Untersuchungsnormen für Insecticide 315; siehe auch Halogeninsecticide.

Säuren, elektrolytische Titration ohne äußere Stromquelle 283; elektrolytisch-potentiometrische Mikrobestimmung 282; Mikrotitration schwacher Säuren mit Phenolphthalein als Indicator 208; neue Theorie der Säuren und Basen 296.

G-Säure, papierchromatographische Bestimmung neben R-Säure 56.

R-Säure, papierchromatographische Bestimmung neben G-Säure 56.

Salicylalamine, Reagenzien zur Bestimmung von Kupfer und Nickel 210.

Salicylaldehyd, Dielektrizitätskonstante 164.

Salpetersäure, Leitfähigkeitstitration in Essigsäure-Essigsäureanhydridlösung 381.

Salzlösungen, alkalimetrische Bestimmung nach Ionenaustausch 52.

Salzsäure, konduktometrische Titration mit Natronlauge 139.

Sand, Bestimmung in Futtermitteln 78.

Santonin, maßanalytische Bestimmung 235.

Sauerstoff, Bestimmung nach dem Aluminiumverfahren im Stahl 217; Bestimmung in Butadiendämpfen 448; Bestimmung des gelösten Sauerstoffs in Wässern 350; Nachweis durch Fluorescenzlöschung von Trypaflavin 414; polarographische Bestimmung in Blut 357; in Getränken 356.

Schamotte, Analyse 313.

Schleimsäure. Empfindlichkeit der Reaktion nach Kent und Tollens 306.

Schöllkraut, Chelidonsäurenachweis mit Gerbsäure 231.

Schokolade, Bestimmung von Aneurin 446

Schwarzpulver, Wasserbestimmung nach dem Karl-Fischer-Verfahren 153.

Schwefel, Bestimmung nach dem Entwicklungsverfahren in Chrommetall und Ferrochromsorten 255; Bestimmung durch Neutronenaktivierung 127; Bestimmung in organischen Verbindungen 297; in organischen Verbindungen neben C und H 297; im Petroleum durch Hochfrequenztitration 285; elektrolytisch-potentiometrische Mikrobestimmung 282; elektrolytische Titration ohne äußere Stromquelle 283; polarographische Bestimmung von elementarem Schwefel 361; polarographische Bestimmung in Rohölen 358.

Schwefelkalkbrühe, siehe Erdalkalisulfide.

Schwefelkohlenstoff, Bestimmung neben H_2S in der Luft 15; jodometrische Bestimmung in der Luft, im Blut und im Harn 460; polarographische Bestimmung 358.

Schwefelleber, siehe Alkalisulfide.

Schwefelwasserstoff, Bestimmung neben CS_2 in der Luft 15; polarographische Bestimmung im Leuchtgas 356; in der Luft 130.

Schweißflußmittel, Bestimmung des Fluorgehaltes 221.

Schweißnähte, spektralanalytische Aluminiumbestimmung 124.

Scopolamin, papierchromatographische Trennung der Tropaalkaloide 288; polarographische Bestimmung 136; polarographische Bestimmung neben Pantopon 136.

Scopolin, papierchromatographische Trennung der Tropaalkaloide 288.

Selen, Bestimmung als Quecksilber(II)-selenit 68; Mikrobestimmung 383.

Seltene Erden, spektrochemische Analyse 274.

Sequestren, siehe Äthylendiamintetraacetat 48.

Serin, chromatographische Trennung und Isolierung als Dinitrophenylderivat 433.

Serum, Arsennachweis durch induzierte Fällung von Kupfer(I)-sulfid 440; Bestimmung von Thiocyanat nach der Brompyridinmethode 395; colorimetrische Calciumbestimmung 394; flammenphotometrische Bestimmung von Ca und Mg 43; mikrophotometrische Chloridbestimmung nach Fällung als Hg_2Cl_2 216; papierchromatographische Bestimmung von Harnstoff 205; von Na, K, Ca und Mg 201; siehe auch biologisches Material.

Serumeiweiß, Apparatur zur Papierelektrophorese 292; Mikrostickstoffbestimmung 461.

Serumglobulin, elektrophoretische Unterscheidung von Serumprotein und ACTH 294.

Serumprotein, elektrophoretische Unterscheidung von Serumglobulin und ACTH 294.

Serumproteine, papierelektrophoretische Analyse 293.

Sesamol, Nachweis in Margarine und Fettsubstanzen 444.

Silber, Nachweis mit Eisen(III)-komplexonat 371; Tüpfelnachweis mit 2-Mercapto-4-p-dimethylaminobenzalthiazolon-5 211; colorimetrische Bestimmung mit p-Dimethylaminobenzylidenrhodanin 371; gravimetrische Bestimmung im Mikrogrammbereich 64; papierchromatographische Trennung von Pb an Carboxylpapier 289; Thermolyse des Dithizonats 372.

Silbernitrat, konduktometrische Titration mit Natriumchlorid 139.

Silicagel, Adsorptionsmittel in der Säulenchromatographie 434.

Silicate, amperometrische Kaliumbestimmung 364.

Silicatschlacken, Analyse 313.

Silicium, Bestimmung als SiO_2 in Wolfram-Niob-Legierungen und in Ferrowolfram 220; papierchromatographische Trennung und Bestimmung 201; photometrische Bestimmung in Aluminiumlegierungen 390; spektralanalytische Bestimmung in hochlegiertem Stahl 125; in schmiedbarem Gußeisen 124.

Siliciumcarbid, maßanalytische Eisenbestimmung 441.

Silicongummi, Identifizierung durch massenspektrometrische Analyse 430.

Single-sweep-Verfahren der Polarographie 277.

Sitosterin, papierchromatographische Trennung von anderen Steroiden 291.

Solanaceendrogen, chromatographische Bestimmung von Hyoscin und Hyoscyamin 141.

Speisefette, spektrophotometrischer Nachweis von Ersatzstoffen 443.

Spektralanalyse, Anbringung pulverisierter Proben auf Graphitelektroden 275; Linienbreitenverfahren zur Spektrogrammauswertung 274; poröse Graphitelektrode 275; Emissionsspektra von Heptan-Luftgemischen 276; Analyse seltener Erden 274; Analyse von metallischem Zink 122; Bestimmung von Aluminium in Stählen 124; kleiner Borgehalte in Legierungen und Stählen 124; von Borsäure im Harn 126; der Beimengungen in metallischem Cadmium 123; von Cer und Mangan in Magnesiumlegierungen 122; von Chlor in Steinmeteoriten 275; von Cr, Mn, Ni, Si, Mo, Ti und V in hochlegiertem Stahl 125; von Magnesium in Gußeisen 123; von Metallen in Crackkatalysatoren 275; von Nickel und Cer in Magnesiumlegierungen 121, 122; von Silicium und Kohlenstoff in schmiedbarem Gußeisen 124; von Zink in Cadmiumlegierungen 155; Untersuchung von Eisenerzen 125.

Sprengstoffchemie, Anwendung des Karl-Fischer-Verfahrens zur Wasserbestimmung 153.

Stärke, Adsorptionsmittel in der Säulenchromatographie 435; Bestimmung in Edelkastanien 74; Untersuchungsmethoden von Stärke, Stärkesuspensionen, Stärkesirup 445.

Stahl, Bestimmung von Aluminium nach der Kryolithmethode 219; von Chrom und Vanadin durch elektrolytische Titration 283; von Kobalt mit Cupral 385; von Kohlenstoff durch elektrolytische Titration 282, 310; von Mangan, Chrom und Vanadin durch photocolorimetrische Titration 219; von Niobcarbid 218; von Sauerstoff nach dem Aluminiumverfahren 217; von Schwefel durch elektrolytisch-potentiometrische Titration 282; von Wolfram 309; amperometrische Bestimmung von Mangan, Chrom und Vanadin 137; chromatographische Bestimmung von Niob und Tantal

143; photometrische Bestimmung von Blei und Vanadium 390; photometrische Zirkonbestimmung 65; polarographische Kupferbestimmung 133; spektralanalytische Bestimmung von Aluminium 124; von kleinen Borgehalten 124; von Cr, Mn, Ni, Si, Mo, Ti und V 125.

Standardisierung der Analysenmethoden für Milch und Molkereiprodukte (Niederlande) 77.

Stapelfasermischungen, Analyse 157.

Steinmeteoriten, spektroskopische Chlorbestimmung 275.

Steroide, Bestimmung formaldehydbildender Steroide durch Reaktion mit Chromotropsäure 79.

Steroidhormone, Nachweis 90.

Steroidsapogenine, papierchromatographische Trennung 59.

Stickstoff, Bestimmung nach Kjeldahl in Serumeiweiß 461; Mikrogrammbestimmung nach Kjeldahl in organischen Verbindungen 297; elektrophoretische Bestimmung in Proteinfraktionen 293; massenspektrometrische Bestimmung der ^{15}N-Konzentration 429.

Strontium, Bestimmung durch Leitfähigkeitsmessung neben Calcium 376; Bestimmung durch Neutronenaktivierung 127; polarographische Bestimmung 280; Trennung von V, Fe, Al, Cu, Ni, Co mit Hilfe von Anionenaustauschern in Citratform 334.

Strophantidin, colorimetrische Bestimmung 232.

k-Strophantin, colorimetrische Bestimmung der Glucoside 232.

Strychnin, Nachweis durch UV-Absorption in Organteilen 231.

Strychninnitrat, Wertbestimmung 457.

Stuhl, spektrophotometrische Bestimmung von Vitamin A 400.

Sulfanilamid, papierchromatographische Trennung 205.

Sulfanilsäure, papierchromatographische Trennung 205.

Sulfat, Bestimmung durch Hochfrequenztitration 285; jodometrische Bestimmung nach Reduktion mit Zinn(II)chlorid 68; Mikrobestimmung nach Ionenaustausch 52; Bestimmung in Fällungsbädern von Viskoseseide 455; Bestimmung neben Fe, Cr, Al unter Verwendung von Komplexon III 377.

Sulfid, Bestimmung in Alkali- und Erdalkalisulfiden 312; photoelektrische Bestimmung als Methylenblau 382.

Sulfide, Schwefelbestimmung unter Verwendung von Komplexon III 378.

Sulfitablauge, Bestimmung von reduzierenden Zuckern 54.

Sulfonamide, papierchromatographische Trennung und Bestimmung 207.

Sulfonamidgemische, Analysengang für die qualitative und quantitative Untersuchung 229.

Superphosphat, Bestimmung der citratlöslichen Phosphorsäure 393.

Syringaaldehyd, papierchromatographische Bestimmung 56.

Tabak, chromatographische Bestimmung von Nicotin und Nornicotin 435.

Tantal, Bestimmung durch Röntgenstrahlen-Fluorescenzanalyse 431; chromatographische Bestimmung in Erzen, Mineralen, Legierungen, Stahl und im Boden 143; chromatographische Trennung von Niob 142.

Tellur, maßanalytische Bestimmung mit Kaliumperjodatlösung 215.

Tetraäthylthiuramdisulfid (Antabus), Bestimmung 229.

2,3,4,6-Tetramethyl-d-glucose, chromatographische Bestimmung 436.

Tetraphenyloborat, Reagens zur Kaliumbestimmung 191, 241.

Tetrathionat, polarographische Bestimmung 47.

Tetrazolderivate, Identifizierung durch Kristallgitteruntersuchungen 72.

Tetrazon, Wasserbestimmung nach dem Karl-Fischer-Verfahren 154.

Thallium, Nachweis als Chlorid durch Fluorescenz 414; spektralanalytische Bestimmung in metallischem Cadmium 123; polarographisches Verhalten des Komplexon IV-Komplexes 362.

Theobromin, Mikronachweis in Kakaoerzeugnissen 77; Titration in nichtwäßriger Lösung 51.

Thiamin, papierchromatographische Bestimmung 60.

Thioacetamid, Anwendung in der qualitativen Analyse statt H_2S und $(NH_4)_2S$ 60.

Thioamide, Bestimmung nach der Hypojoditmethode 229.

Thiocyanat, Bestimmung nach der Brompyridinmethode im Blutserum 395.

Thioformamid, Anwendung in der qualitativen Analyse statt H_2S und $(NH_4)_2S$ 60; Reagens zur Arsen-Antimon-Zinn-Trennung 342.

Thioglykolsäure, Bestimmung in Gegenwart von Sulfit, Thiosulfat und Sulfid 454.

Thioharnstoff, amperometrische Bestimmung 50; Reagens zur Osmiumbestimmung 386; zur Wismutbestimmung 66.

Thionalid, Reagens zur Osmiumbestimmung 386.

Thiophenhomologe, massenspektrometrische Identifizierung 129.

Thiosulfat, Bestimmung in Alkali- und Erdalkalisulfiden 313.

Thorium, Bestimmung als Jodat 279; polarographische Bestimmung als Jodat 279.

Threonin, chromatographische Trennung und Isolierung als Dinitrophenylderivat 433.

Thymianöl, Bestimmung von Thymol und Carvacrol 226.

Thymin, colorimetrische Bestimmung 227.

Thymol, Bestimmung neben Carvacrol in Thymianölen 226.

l-Thyroxinnatrium, colorimetrische Bestimmung in Tabletten 230.

Tierische Produkte, Borsäurebestimmung 223.

Tierisches Material, Bestimmung der Cobalamine 398.

Tinctura Chinae, siehe Cortex Chinae.

Tiron, Anwendung als Komplexbildner 385.

Titan, papierchromatographische Trennung und Bestimmung 201; papierchromatographische Trennung von Al und Fe 202; spektralanalytische Bestimmung in hochlegiertem Stahl 125; polarographisches Verhalten des Komplexon IV-Komplexes 363.

Titerlösungen, Standardisierung durch Leitfähigkeitsmessung 295.

Titration in nichtwäßrigen Lösungen, acidimetrische Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid in Eisessig- oder Diäthylaminlösung 234; alkalimetrische Bestimmung von Salzen nach Ionenaustausch 52; Bestimmung von Enolen und Imiden 50; konduktometrische Bestimmung von Überchlorsäure mit Anilin in Eisessig 139; Salpetersäurebestimmung in Essigsäure-Essigsäureanhydridlösung 381.

Titrationsfluorimeter nach Večerek und Skovroňsky 369.

o-Tolidin, photometrische Bestimmung mit Hilfe der Lauthschen Reaktion 428.

p-Toluidin, photometrische Bestimmung mit Hilfe der Lauthschen Reaktion 428.

Tone, Analyse 313.

Toubernit, (Kupferuranylphosphat), papierchromatographische Bestimmung von U, Cu, Fe 56.

Tracer-Atome, Anwendung zu analytischen Arbeiten 126.

Traubenzucker, Untersuchungsmethoden 445.

Triäthanolamin, Komplex mit Mangan (III) 384.

Triäthylchlorsilan, polarographische Bestimmung 278.

Trichloräthylen, Bestimmung in der Luft 149.

Trilon B, (Äthylendiamintetraacetat) 48.

Trimethylamin, Dielektrizitätskonstante 164.

Trimethylaminoxyd, Bestimmung in Fischorganen 446.

Trimethylchlorsilan, polarographische Bestimmung 278.

Trimethylgallussäure, papierchromatographische Bestimmung 55.

2,3,6-Trimethyl-d-glucose, chromatographische Bestimmung 436.

Trinkwasser, siehe Wasser.

Tripolyphosphat, Nachweis neben Metaphosphat 66.

Trisaccharide, Mikrobestimmung mit Fehlingscher Lösung 72.

Trockensubstanz, Bestimmung in Futtermitteln und Molkereiprodukten 78.

Tropin, papierchromatographische Trennung der Tropaalkaloide 288.

Tryptophan, Bestimmung in Proteinen und Lebensmitteln 446; chromatographische Trennung und Isolierung als Dinitrophenylderivat 433; polarographische Mikrobestimmung 49.

Tyrosin, chromatographische Trennung und Isolierung als Dinitrophenylderivat 433; polarographische Bestimmung 135.

Überchlorsäure, konduktometrische Titration mit Anilin in Eisessig 139.

Ultrarot-Absorptionsschreiber, siehe „Uras".

Ultrarotspektroskopie, Analyse von Hexachlorcyclohexanpräparaten 315; Bestimmung von N-Allylnormorphin 231.

Umkehrphasenchromatographie, siehe Papierchromatographie.

Unterchlorige Säure, Bestimmung im gechlorten Trinkwasser neben Monochloramin 151.

Uran, Nachweis durch Fluorescenz 414; Bestimmung durch Neutronenaktivierung in Gesteinen 430; papierchromatographische Bestimmung in Toubernit und Pechblende 56; papierchromatographische Trennung und Bestimmung 201; Trennung von Eisen mittels Kationenaustauscher (Alginsäure) 168; Bestimmung kleiner Nickel- und Mangangehalte in Uran 389; polarographisches Verhalten des Komplexon IV-Komplexes 363.

„Uras", Anwendung zur Kohlenoxydbestimmung 44.

Urin, Nachweis von Dolantin, Polamidon und Pervitin 239; Bestimmung von Kreatinin in Gegenwart von Phenolrot 398; colorimetrische Quecksilberbestimmung 394; papierchromatographische Bestimmung der Aminosäuren 289; spektrophotometrische Bestimmung von Barbituraten 456; siehe auch Harn.

Valin, chromatographische Trennung und Isolierung als Dinitrophenylderivat 433.

Vanadat, Bestimmung mit Mangan-(III)-reagenslösung 367; Reduktion durch innere Elektrolyse an Zinkanode 327.

Vanadium, Bestimmung durch photocolorimetrische Titration in Stahl 219; durch Titration mit Perjodatlösung 67; elektrolytische Titration ohne äußere Stromquelle 283; amperometrische Bestimmung im Stahl 137; photocolorimetrische Bestimmung als Phosphorwolframvanadinkomplex 220; photometrische Bestimmung im Stahl 390; spektralanalytische Bestimmung in hochlegiertem Stahl 125; in Crackkatalysatoren 275; spektrophotometrische Bestimmung als Vanadyl-Ion 382.

Vanilleextrakte, Untersuchung auf Verfälschungen 224.

Vanillin, papierchromatographische Bestimmung 56; photometrische Bestimmung 158; Reagens zum Nachweis von Wasserstoffperoxyd 61.

Veratrumsäure, papierchromatographische Bestimmung 55.

Versene, siehe Äthylendiamintetraacetat.

Verteilungschromatographie, Trennung und Bestimmung von Hyoscin und Hyoscyamin 141.

Vinyltrichlorsilan, polarographische Bestimmung 278.

Violett Nr. 2, Bestimmung von 1,4-Dioxyanthrachinon in dem Farbstoff 316.

Viskoseseide, Sulfatbestimmung in den Fällungsbädern 455.

Vitamin A, Bestimmung im Stuhl 400; chromatographische Bestimmung 435.

Vitamin A_1, dienometrische Bestimmung von konjugierten Doppelbindungen 157.

Vitamin B_1, Nachweis über Thiochrom durch Fluorescenz 414; papierchromatographische Bestimmung 60; siehe auch Aneurin, Thiamin.

Vitamin C, Bestimmung mit 2,6-Dichlorphenolindophenol 447.

Vitamin D, papierchromatographische Trennung von Steroiden 290.

Vitamin D_2, dienometrische Bestimmung von konjugierten Doppelbindungen 157.

Warfarin, siehe 3-(α-Phenyl-β-acetyl-äthyl)-4-oxycumarin.

Waschaktive Substanzen, Übersicht über Bestimmungsmethoden 156.

Wasser, Bestimmung in aliphatischen Alkoholen mit Hochfrequenzoszillator 305; Bestimmung durch Karl-

Fischer-Titration 436; Bestimmung nach dem Karl-Fischer-Verfahren in Fetten und Glycerin 74; in der Sprengstoffchemie 153; Bestimmungen in Wasser: der chlorierten o-Kresole 387; von Erdölprodukten 388; des gelösten Sauerstoffs (Brommethode) 350; von unterchloriger Säure neben Monochloramin 151; colorimetrische Bestimmung von Calcium und Kalium 150; von Fluor 152; Härtebestimmung nach dem Komplexonverfahren 151; polarographische Bestimmung von Phenol 360; siehe auch Mineralwässer.

Wasserfreie Lösungsmittel, polarographische Analyse in Methanol, Äthanol und Aceton 133.

Wasserstoff, Absorption aus Gasen 370; Bestimmung in organischen Verbindungen neben C und S 297; Mikrobestimmung in organischen Substanzen 296.

Wasserstoffperoxyd, Nachweis mittels Vanillin 61.

Wein, Bestimmung des Kaliums als Perchlorat, Dilitarat und Tetraphenyloborat 188; polarographische Bestimmung von Benzaldehyd 49.

Weinsäure, R_f-Wert 203.

Weißmetall, jodometrische Zinnbestimmung 392; maßanalytische Antimonbestimmung 390.

Weizen, Bestimmung des Gehaltes an Pantothensäure 74.

Weizengliadin, papierchromatographische Bestimmung von Cystin 58.

Whatman-Filter, Adsorptionsmittel bei der chromatographischen Trennung von Zuckern 436.

Wismut, Reaktion mit Dimethylglyoxim und Ammoniak 381; papierchromatographische Trennung von Pb und Hg auf Carboxylpapier 289; photometrische Bestimmung mittels Thioharnstoff 66; Polarographie des Komplexon-IV-Komplexes 362.

Wismutverbindungen, Nachweis von Arsen 456.

Wolfram, mikrophotochemische Reaktion 215; Bestimmung kleiner Mengen neben Molybdän 170; Bestimmung durch Katalyse der Malachitgrün-Titan(III)-reaktion in Eisen und Stahl 309; durch Röntgenstrahlen-Fluorescenzanalyse 431; papierchromatographische Trennung und Bestimmung 201; Trennung von Molybdän über die Calciumsalze 170; polarographisches Verhalten des Komplexon IV-Komplexes 363.

Wolfram-Niob-Legierungen, Siliciumbestimmung 220.

Xylose, chromatographische Bestimmung in Monosaccharidgemischen 55.

Yohimbin, photometrische Bestimmung mit p-Dimethylaminobenzaldehyd 186.

Ytterbium, siehe Lanthanide.

Yttrium, siehe Lanthanide.

Zellstoff, Wasserbestimmung nach dem Karl-Fischer-Verfahren 153.

Zink, Nachweis mit Oxychinolin durch Fluorescenz 414; alkalimetrische Bestimmung 438; amperometrische Bestimmung mit Ferrocyanid 365; amperometrische Titration 363; komplexometrische Bestimmung in Medikamenten 455; maßanalytische Bestimmung mit Perjodat 145; papierchromatographische Trennung und Bestimmung 201; photometrische Bestimmung mit Methylviolett und Rhodanid 211; polarographische Bestimmung in Aluminiumlegierungen 132; in Kunstdünger 47; in Lebergewebe 357; polarographisches Verhalten des Komplexon IV-Komplexes 363; potentiometrische und polarimetrische Bestimmung 366; spektralanalytische Bestimmung in metallischem Cadmium 123; spektrographische, elektrometrische Titration und polarographische Bestimmung in Cadmiumlegierungen 155; Spektralanalyse von metallischem Zink 122; thermisches Verhalten des Dithizonats 372.

Zinkblende, amperometrische Zinkbestimmung 365.

Zinklegierungen, photometrische Aluminiumbestimmung 307; polarographische Bestimmung geringer Zinngehalte in Zink-Spritzgußlegierungen 131.

Zinkphosphid, maßanalytische Bestimmung 314.

Zinkweiß, Nachweis von Blei 156.

Zinn, jodometrische Bestimmung in Weißmetall 392; papierchromatographische Trennung von As und Sb

auf Carboxylpapier 289; polarographische Bestimmung geringer Gehalte in Zink-Spritzgußlegierungen 131; polarographisches Verhalten des Komplexon IV-Komplexes 362; potentiometrische Bestimmung 379; spektralanalytische Bestimmung in metallischem Zink 123; Trennung von Arsen und Antimon mit Thioformamid 342.

Zinnlegierungen, maßanalytische Antimonbestimmung 306; photometrische Aluminiumbestimmung 308.

Zirkonium, colorimetrische Bestimmung mit Chloranilsäure 376; photometrische Bestimmung in Magnesiumlegierungen 65; photometrische Bestimmung mittels Alizarin S 65; photometrische Bestimmung in Stahl und Eisen oder Mineralien 65; polarographische Bestimmung in Magnesiumlegierungen 131.

Zucker, Nachweis mit N,N-Dimethyl-p-aminoanilin 436; Bestimmung in Edelkastanien 74; polarographische Bestimmung in Gerbstoffextrakten 360; automatische chromatographische Trennung 436; elektrophoretische und papierchromatographische Trennung von Zuckergemischen 294; Bestimmung reduzierender Zucker in Sulfitablauge 54; Mikrobestimmung reduzierender Zucker mittels Fehlingscher Lösung 72; papierchromatographischer Nachweis von Ketosäuren der Zuckerreihe 57; papierchromatographischer Nachweis von Hexosen und Pentosen 57.